This is a digital copy of a book that was preserved for generations on library shelves before it was carefully scanned by Google as part of a project to make the world's books discoverable online.

It has survived long enough for the copyright to expire and the book to enter the public domain. A public domain book is one that was never subject to copyright or whose legal copyright term has expired. Whether a book is in the public domain may vary country to country. Public domain books are our gateways to the past, representing a wealth of history, culture and knowledge that's often difficult to discover.

Marks, notations and other marginalia present in the original volume will appear in this file - a reminder of this book's long journey from the publisher to a library and finally to you.

Usage guidelines

Google is proud to partner with libraries to digitize public domain materials and make them widely accessible. Public domain books belong to the public and we are merely their custodians. Nevertheless, this work is expensive, so in order to keep providing this resource, we have taken steps to prevent abuse by commercial parties, including placing technical restrictions on automated querying.

We also ask that you:

+ *Make non-commercial use of the files* We designed Google Book Search for use by individuals, and we request that you use these files for personal, non-commercial purposes.

+ *Refrain from automated querying* Do not send automated queries of any sort to Google's system: If you are conducting research on machine translation, optical character recognition or other areas where access to a large amount of text is helpful, please contact us. We encourage the use of public domain materials for these purposes and may be able to help.

+ *Maintain attribution* The Google "watermark" you see on each file is essential for informing people about this project and helping them find additional materials through Google Book Search. Please do not remove it.

+ *Keep it legal* Whatever your use, remember that you are responsible for ensuring that what you are doing is legal. Do not assume that just because we believe a book is in the public domain for users in the United States, that the work is also in the public domain for users in other countries. Whether a book is still in copyright varies from country to country, and we can't offer guidance on whether any specific use of any specific book is allowed. Please do not assume that a book's appearance in Google Book Search means it can be used in any manner anywhere in the world. Copyright infringement liability can be quite severe.

About Google Book Search

Google's mission is to organize the world's information and to make it universally accessible and useful. Google Book Search helps readers discover the world's books while helping authors and publishers reach new audiences. You can search through the full text of this book on the web at `http://books.google.com/`

Über dieses Buch

Dies ist ein digitales Exemplar eines Buches, das seit Generationen in den Regalen der Bibliotheken aufbewahrt wurde, bevor es von Google im Rahmen eines Projekts, mit dem die Bücher dieser Welt online verfügbar gemacht werden sollen, sorgfältig gescannt wurde.

Das Buch hat das Urheberrecht überdauert und kann nun öffentlich zugänglich gemacht werden. Ein öffentlich zugängliches Buch ist ein Buch, das niemals Urheberrechten unterlag oder bei dem die Schutzfrist des Urheberrechts abgelaufen ist. Ob ein Buch öffentlich zugänglich ist, kann von Land zu Land unterschiedlich sein. Öffentlich zugängliche Bücher sind unser Tor zur Vergangenheit und stellen ein geschichtliches, kulturelles und wissenschaftliches Vermögen dar, das häufig nur schwierig zu entdecken ist.

Gebrauchsspuren, Anmerkungen und andere Randbemerkungen, die im Originalband enthalten sind, finden sich auch in dieser Datei – eine Erinnerung an die lange Reise, die das Buch vom Verleger zu einer Bibliothek und weiter zu Ihnen hinter sich gebracht hat.

Nutzungsrichtlinien

Google ist stolz, mit Bibliotheken in partnerschaftlicher Zusammenarbeit öffentlich zugängliches Material zu digitalisieren und einer breiten Masse zugänglich zu machen. Öffentlich zugängliche Bücher gehören der Öffentlichkeit, und wir sind nur ihre Hüter. Nichtsdestotrotz ist diese Arbeit kostspielig. Um diese Ressource weiterhin zur Verfügung stellen zu können, haben wir Schritte unternommen, um den Missbrauch durch kommerzielle Parteien zu verhindern. Dazu gehören technische Einschränkungen für automatisierte Abfragen.

Wir bitten Sie um Einhaltung folgender Richtlinien:

+ *Nutzung der Dateien zu nichtkommerziellen Zwecken* Wir haben Google Buchsuche für Endanwender konzipiert und möchten, dass Sie diese Dateien nur für persönliche, nichtkommerzielle Zwecke verwenden.

+ *Keine automatisierten Abfragen* Senden Sie keine automatisierten Abfragen irgendwelcher Art an das Google-System. Wenn Sie Recherchen über maschinelle Übersetzung, optische Zeichenerkennung oder andere Bereiche durchführen, in denen der Zugang zu Text in großen Mengen nützlich ist, wenden Sie sich bitte an uns. Wir fördern die Nutzung des öffentlich zugänglichen Materials für diese Zwecke und können Ihnen unter Umständen helfen.

+ *Beibehaltung von Google-Markenelementen* Das "Wasserzeichen" von Google, das Sie in jeder Datei finden, ist wichtig zur Information über dieses Projekt und hilft den Anwendern weiteres Material über Google Buchsuche zu finden. Bitte entfernen Sie das Wasserzeichen nicht.

+ *Bewegen Sie sich innerhalb der Legalität* Unabhängig von Ihrem Verwendungszweck müssen Sie sich Ihrer Verantwortung bewusst sein, sicherzustellen, dass Ihre Nutzung legal ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass ein Buch, das nach unserem Dafürhalten für Nutzer in den USA öffentlich zugänglich ist, auch für Nutzer in anderen Ländern öffentlich zugänglich ist. Ob ein Buch noch dem Urheberrecht unterliegt, ist von Land zu Land verschieden. Wir können keine Beratung leisten, ob eine bestimmte Nutzung eines bestimmten Buches gesetzlich zulässig ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass das Erscheinen eines Buchs in Google Buchsuche bedeutet, dass es in jeder Form und überall auf der Welt verwendet werden kann. Eine Urheberrechtsverletzung kann schwerwiegende Folgen haben.

Über Google Buchsuche

Das Ziel von Google besteht darin, die weltweiten Informationen zu organisieren und allgemein nutzbar und zugänglich zu machen. Google Buchsuche hilft Lesern dabei, die Bücher dieser Welt zu entdecken, und unterstützt Autoren und Verleger dabei, neue Zielgruppen zu erreichen. Den gesamten Buchtext können Sie im Internet unter `http://books.google.com` durchsuchen.

NYPL RESEARCH LIBRARIES
3 3433 06911323 5

PMN
Behrens

PMN
Behrens

P! 63850

Mikrochemische Technik

von

H. BEHRENS,

Professor an der Polytechnischen Schule in Delft.

Hamburg und Leipzig.

Verlag von Leopold Voss.

1900.

Mikrochemische Technik.

Mikrochemische Technik

von

H. Behrens,

Professor an der Polytechnischen Schule in Delft.

Hamburg und **Leipzig.**

Verlag von Leopold Voss.

1900.

925913A
THE NEW YORK PUBLIC LIBRARY
ASTOR, LENOX AND TILDEN FOUNDATIONS.
1900.

Alle Rechte vorbehalten.

Druck von Hesse & Becker in Leipzig.

Vorwort.

Der Inhalt dieser Arbeit soll den vorhergegangenen Heften der mikrochemischen Analyse organischer Verbindungen und auch dem anorganischen Teil der mikrochemischen Analyse zur Ergänzung dienen. Nach Eröffnung eines mikrochemischen Laboratoriums an der Polytechnischen Schule zu Delft mufste Hand ans Werk gelegt werden, eine umfassende Sammlung von Dauerpräparaten zu schaffen, welche, soweit sie sich haltbar machen liefsen, die Endprodukte aller von mir gefundenen und beschriebenen Reaktionen zur Anschauung bringen sollte. Im Laufe dieser Arbeit, die zur gröfseren Hälfte vollendet ist, hat die Technik der Herstellung solcher Dauerpräparate grofse Fortschritte gemacht und haben sich zugleich die Gesichtspunkte für die Verwendung derselben in einer Weise erweitert, dafs die kurzen Mitteilungen über diesen Gegenstand zu Ende der Hefte II und III durchaus nicht mehr zureichend sind. Nicht allein als ein bisher unerreichtes Beweis- und Identificierungsmittel haben sich die Dauerpräparate erwiesen, sondern auch als ein Lehrmittel von einer Anschaulichkeit und Zuverlässigkeit, die schwer zu übertreffen sein wird. Ist man im Besitz einer solchen Sammlung von Muster- und Vergleichspräparaten, so ist es ein leichtes, den Gang einer Untersuchung Schritt für Schritt im voraus darzustellen und nachträglich zu kontrollieren. Man wolle sich erinnern, dafs es sich um die Herstellung von Musterpräparaten mit möglichst einfachen Hilfsmitteln handelt, wenn man im Nachstehenden auf Einzelheiten stofsen sollte,

die von Angaben in anderen einschlägigen Werken und in den vorausgegangenen Teilen der mikrochemischen Analyse abweichend oder unnötig umständlich scheinen.

Um einen für alle Fälle ausreichenden Leitfaden zu schreiben, hätte die Ausführlichkeit noch viel weiter getrieben werden müssen. Wer sich ernstlich daran macht, mustergültige Präparate von einigen Substanzen herzustellen, z. B. von Cäsiumalaun oder von Kaliumzirkoniumoxalat, wird bald bemerken, dafs Eigenheiten in dem Verhalten der Substanzen in das Spiel kommen, die selbst bei gröfster Ausführlichkeit nicht alle berücksichtigt werden können; dafs ein Leitfaden höchstens dazu beitragen kann, die Anzahl fehlgeschlagener Versuche herabzusetzen, aber nicht, auf den ersten Anlauf von jeder Substanz ein tadelloses Präparat herzustellen.

Delft, November 1899.

H. Behrens.

Inhaltsangabe.

I. Utensilien für die Anfertigung von Dauerpräparaten.

Seite

1. Schälchen, Kapillaren 1
2. Objektträger, Deckgläser 2
3. Hilfsmittel zum Auswaschen 2
4. Hilfsmittel zum Auslesen 3
5. Putzmittel für Deckgläser 3
6. Flüssige Einschlufsmittel 4
7. Einschlufsmittel für Trockenpräparate 6
8. Bewahren von Dauerpräparaten 7

II. Gefärbte Präparate.

A. Präparate von Faserstoffen.

9. Differenziierte Färbung mit einem Farbstoff 7
10. Differenziierte Färbung mit mehreren Farbstoffen 8
11. Auswaschen und Einschliessen 9
12. Haltbarkeit der Präparate 10

B. Präparate von Gesteinen.

13. Ungeätzte Präparate 11
14. Geätzte Präparate 11

III. Sublimate.

15. Allgemeines 12
16. Anorganische Präparate 13
17. Organische Präparate 13
18. Sublimieren in geschlossenem Raum 14
19. Anfertigen von Asbestringen 14
20. Einfache Substanzen 15
21. Gemengte Substanzen 15
22. Umkrystallisieren aus Wasser 16
23. Umkrystallisieren aus anderen Lösungsmitteln 17

IV. Krystallisationen.

24. Krystallisation in Schalen 17
25. Mifsbildungen 18
26. Krystallisation auf Objektträgern 19
27. Abziehen der Mutterlauge 19
28. Krystallisation durch Verdunsten 20
29. Krustenbildung 21
30. Zersetzung von Lösungsmitteln 21
31. Verdünnung von Lösungsmitteln 22
32. Abkühlen heifser Lösungen 23

Seite
33. Übersättigte Lösungen 24
34. Aussäen von Krystallen 25

V. Fällungen.

A. Fällung bei gewöhnlicher Temperatur.

35. Fällung von einem Punkt aus 26
36. Mischkrystalle 27
37. Fällung mit Umrühren 28
38. Kohlensäure als verzögerndes Mittel 28
39. Verzögerung durch Ammoniak 29
40. Verzögerung durch Diffussion 30
41. Krystallisieren amorpher Niederschläge 31
42. Beschleunigende Mittel 32

B. Fällungen aus heifser Lösung.

43. Wasserabspaltung durch Erwärmen 33
44. Wärme als verzögerndes Mittel 34
45. Anwendung von Alkohol und Erwärmung 35
46. Verzögerung durch Wärme und Säuren 35

VI. Auswaschen und Trocknen der Niederschläge.

47. Haftende Krystalle 36
48. Schwimmende Krystalle 37
49. Schwere Krystalle und Dendriten 37
50. Dünne Blättchen 38
51. Schwere, dickflüssige Mutterlaugen 38
52. Lösliche Niederschläge 39
53. Trocknen 41

VII. Einschliessen der Präparate.

54. Säubern der Präparate 41
55. Trockenpräparate 43
56. Lackringe 45
57. Balsampräparate. Einschmelzen 46
58. Fixieren mit Harzlösungen 47
59. Erhärten 49
60. Auflegen der Deckgläser 50
61. Dicke Präparate 52
62. Dünne, verletzliche Präparate 53
63. Reinigen der Präparate 53
64. Etikettieren 54

VIII. Metallpräparate.

65. Allgemeines 55
66. Krystallisationspräparate 55
67. Schliffpräparate 57
68. Anlafspräparate 61
69. Ätzpräparate 63
70. Ätzung für fraktionierte Analyse 64
71. Ätzung mit gleichzeitiger Färbung 65
72. Bewahren von Metallpräparaten 66

I. Utensilien für die Anfertigung von Dauerpräparaten.

Die Anzahl der erforderlichen Utensilien ist nicht so grofs, dafs man sich dieselben nicht ohne grofsen Aufwand an Zeit und Kosten verschaffen könnte. Sie sollen, soweit möglich in der Reihenfolge, in welcher sie zur Anwendung kommen, aufgezählt und kurz beschrieben werden. Ein wesentliches Erfordernis ist ein Arbeitstisch, der mit einigen Schubladen ausgestattet ist, in denen die verschiedenen kleinen Gebrauchsgegenstände, in Pappkästchen verteilt, bequem zur Hand sind. Die Anfertigung von Dauerpräparaten ist in diesem Punkte anspruchsvoller als die mikrochemische Analyse, welche mit einem beliebigen Tisch oder gar mit einer Tischecke vorlieb nehmen kann.

1. Schälchen, Kapillaren.

Für Krystallisationen und Fällungen von Substanzen, welche einer gröfseren Flüssigkeitsmenge bedürfen, um gut ausgebildete Krystalle zu liefern, sowie zum Bedecken von Präparaten, deren Herstellung längere Zeit erfordert, dienen Uhrgläser und Krystallisierschälchen von verschiedener Gröfse. Gläser von 40—50 mm Durchmesser hat man nur ausnahmsweise für Fällungen nötig, mit zwei, höchstens dreien, wird man ausreichen. Die kleinen Gläschen, welche häufig zum Bedecken von Präparaten benutzt werden, wählt man nach dem Format der Objektträger. Für Giefsener Format (48 × 28 mm) kann man bis zu 25 mm gehen. Je kleiner sie sind, desto mehr beschränken sie vorzeitiges Austrocknen, anderseits können allzu kleine Gläschen unbequem werden, durch Berührung mit der Flüssigkeit auf dem Objektträger, welche dann unter dem Rande des Gläschens fortkriecht. Uhrgläschen von 20—25 mm Durchmesser sind vortrefflich, wenn es gilt, Verdunstung möglichst zu hindern, anderseits sind sie weniger bequem zu handhaben, als cylindrische Krystallisierschälchen desselben Durchmessers. Von solchen kleinen Gläschen sollte man

6—8 zur Hand haben; mit einem halben Dutzend von beiderlei Art wird man lange ausreichen.

Glasstäbchen und Kapillaren fertigt man selbst in gewünschter Stärke, durch Ausziehen über einem Blaubrenner mit breiter Flamme. Den Kapillaren gebe man eine Öffnung von 1 bis 1.5, den Stäbchen einen Durchmesser von 1.5 bis 2.5 mm. Länge etwa 10 cm.

2. Objektträger, Deckgläser.

Von Objektträgern bedarf man für eine umfassende Sammlung 1000 Stück, und ebensoviele Deckgläser. Will man sich auf anorganische Präparate beschränken, so reicht man mit einem Drittel der angegebenen Stückzahl. Das Format darf mit Rücksicht auf die Etiketten nicht zu klein gewählt werden, andererseits hat man Gröfse und Gewicht der Sammelkästen im Auge zu halten. Das Format 48 × 28 mm dürfte beiden Anforderungen gerecht werden. Die Dicke soll 0.7—0.8 mm betragen. Ab und zu trifft man einzelne an, die nur 0.5 mm messen, sie werden für Sublimationen, Erhitzen mit konzentrierter Schwefelsäure und andere Arbeiten bei hohen Temperaturen beiseite gelegt.

Runde Deckgläser sind leichter zu handhaben als quadratische und geben den Präparaten ein gefälliges Ansehen. Für den hier ins Auge gefafsten Zweck reicht man mit zwei Gröfsen: 10 und 12 mm, und mit den dickeren Sorten. Sehr dünne Deckgläser geben bei dem Putzen viel Unannehmlichkeit. Für Arbeiten mit Fluorwasserstoff bedarf man eines kleinen Vorrats (zwölf Stück) Celluloidplättchen (Mikroch. An. anorg. Verb. S. 17). Eins derselben zerschneidet man und drückt aus den Hälften zwei Deckschälchen. Zu dem Ende legt man sie zwischen zwei ineinander passende Uhrgläser, klemmt diese zwischen Korkstücken in eine Zange, taucht sie zwei Minuten in kochendes und hiernach bis zu völligem Erkalten in kaltes Wasser. Die vorstehenden Ecken und Ränder schneidet man mit einem scharfen Messer weg.

3. Hilfsmittel zum Auswaschen.

Bei dem Auswaschen und Trocknen von Präparaten leisten Streifen von dickem Saugkarton (1 mm), wie man ihn für Schreibunterlagen benutzt, gute Dienste. Kommt es darauf an, Verunreinigung durch Fasern zu vermeiden, so kann man Scherben von gebranntem Thon oder Stücke von Thonpfeifen benutzen. Beiläufig bemerkt, ist die hiermit erreichte Verbesserung nicht grofs, weil man unter allen

Umständen der Verunreinigung durch schwebende Fasern ausgesetzt bleibt, die von Teppichen, Gardinen und Kleidungsstücken herrühren und daneben der Verunreinigung durch Fasern von Filtrierpapier, die bei der Darstellung der verwendeten Chemikalien in diese gelangt sind. Neben Wasser kommt für das Auswaschen neunzig- und fünfzigprozentiger Alkohol zur Anwendung. Tropffläschchen mit feiner Ausflufsöffnung für diese Flüssigkeiten sind sehr bequem.

4. Hilfsmittel zum Auslesen.

Zum Auslesen von Krystallen und zum Säubern der Präparate (Auslesen von Fasern und Stäubchen) dienen Präpariernadeln. Für den vorliegenden Zweck genügen Nähnadeln mittlerer Stärke, die in Nadelhalter geklemmt werden. Halter, welche die Klemmung mittelst einer aufgeschraubten Kappe bewerkstelligen, sind solchen mit seitlicher Klemmschraube vorzuziehen. Man bedarf vier Stück derselben. Für Zerfaserungen und Färbeversuche in sauren und salzhaltigen Flüssigkeiten sind Präpariernadeln von Nickel zu empfehlen. Sie werden aus hartgezogenem Nickeldraht angefertigt, der auf der Drehbank mit einer Feile und schliefslich mit einem Wetzstein zugespitzt wird. Von demselben Draht, in die Nadelhalter passend, werden angefertigt: eine stumpfe Nadel, mit abgerundetem Ende (1 mm), die zum Andrücken von Deckgläsern dient, und ein kleiner Spatel (2.5 mm) für das Arbeiten mit Kanadabalsam. Als Klebstoff bei dem Auslesen mit Präpariernadeln kann Glycerin mit einem kleinen Zusatz von Dextrin oder Gelatine als Verdickungsmittel empfohlen werden. Zum Schutz gegen Schimmelpilze wird ein Stückchen Thymol zugefügt. Um bequem mit dieser Mischung zu arbeiten und zugleich die Spitzen der Nadeln zu schonen, drückt man auf den Boden eines kleinen Cylinderglases eine anschliefsende Korkscheibe, bringt hierauf die Glycerinmischung in einer Schicht von 3 mm Dicke und bedeckt das Cylinderglas zum Schutz gegen Staub mit einem Becherglase oder einer kleinen Glasglocke.

5. Putzmittel für Deckgläser.

Zum Handhaben der Deckgläser verschaffe man sich eine Pincette mit dünnen scharfen Spitzen; zum Abstäuben einen weichen Pinsel, der ausschliefslich hierfür bestimmt wird. Das Putzen der Deckgläser wird aufserordentlich erleichtert durch eine Unterlage von Leder oder Linoleum. Man leime glattes Handschuhleder auf ein gehobeltes Hölzchen von 8×5 cm. Dickes Leder oder Linoleum kann

ohne Versteifung benutzt werden, erfordert jedoch Vorbereitung durch Schaben oder Befeilen, wofern man nicht Gefahr laufen will, Gläser zu zerbrechen.

6. Flüssige Einschlufsmittel.

Zum Fertigmachen der Präparate bedarf man verschiedener Einschlufsflüssigkeiten, die man teils in Tuben, teils in Flaschen mit aufgeschliffenen Kappen bewahrt. In jedes Fläschchen thut man einen spitzigen Glasstab, dessen Länge so bemessen ist, dafs er beinahe die Wölbung der Kappe berührt. Benzen dient zum Austreiben von Luft und zu vorläufiger Orientierung über das optische und chemische Verhalten der Objekte gegenüber den Einschlufsflüssigkeiten. Eine Lösung von Dammarharz in Benzen ist unentbehrlich zur Vorbereitung von Einschlüssen in Kanadabalsam. Die Lösung ist am schnellsten mit Hilfe eines Extraktionsapparates herzustellen, jedoch gelingt es nicht immer, sie klar zu erhalten und man verliert dann doch viel Zeit mit recht langwierigem Filtrieren. Verfügt man nicht über einen Extraktionsapparat, so löse man bei 50° unter wiederholtem Rühren und Schütteln und verdünne vor dem Filtrieren bis zur Dünnflüssigkeit. Das Filtrieren geht dennoch so langsam von statten, dafs man den Trichter bedeckt halten mufs. Wechselt man das Filter, so mufs auch das Auffangegefäfs gewechselt werden, da das Filtrat anfangs trübe auszufallen pflegt und dann ein- oder zweimal zurückgegossen werden mufs. Nach dem Filtrieren destilliert man einen Teil des Lösungsmittels ab, so dafs der Rückstand ölige Konsistenz erhält und macht alsdann auf einigen Objektträgern Proben mit Tropfen von 7—8 mm Durchmesser. Werden dieselben unter dem Abdunsten des Lösungsmittels nahezu flach, so ist die richtige Konzentration getroffen, behalten sie annähernd die ursprüngliche Wölbung, so mufs Benzen zugesetzt werden, werden sie napfförmig, unter Bildung eines Randwulstes, so mufs man weiter konzentrieren.

Käuflicher Dammarfirnis leistet nicht dieselben Dienste, da er fast ebensolange Zeit für das Erhärten erfordert wie Kanadabalsam. Gegen diesen hat er den Vorzug weniger dickflüssig zu sein, was für das Einschliefsen zerbrechlicher Präparate von Bedeutung sein kann; aufserdem ist noch zu bemerken, dafs der Brechungssindex von Dammarharz und Dammarfirnis (nahe 1.50) etwas kleiner ist als der von Kanadabalsam (1.54). Es können Fälle eintreten, wo Dammarlösung

als erstes Einschlufsmittel versagt; sei es, dafs die Objekte, infolge naher Übereinstimmung der Brechungsindices, zu sehr abblassen, wie z. B. Gips, Calciumoxalat, sei es, dafs Dammarharz eine reduzierende Wirkung ausübt, wie gegenüber vielen Verbindungen von Edelmetallen und einzelnen Verbindungen des Quecksilbers.

In diesen Fällen kann man sich mit einer Lösung von Metastyrol in Benzen zu helfen suchen. Bei einer Temperatur, welche dem Siedepunkte von Benzen sich nähert, löst Metastyrol sich leicht zu einer klaren dicklichen Flüssigheit. Die richtige Konsistenz mufs wieder durch Ausprobieren ermittelt werden. Solange die Probetropfen schwer beweglich sind und unter dem Eintrocknen runzlig werden, mufs unter Erwärmen und Schwenken Benzen zugesetzt werden. Die richtige Konsistenz ist erreicht, wenn die Tropfen sich leicht ausbreiten lassen und zu einer glatten dünnen Firnislage eintrocknen.

Der Brechungsindex von Metastyrol ist 1.58. Er macht, dafs verschiedene Objekte, die in Kanadabalsam unsichtbar werden, in demselben scharf umrissen hervortreten. Weitere Vorzüge sind die chemische Indifferenz, die beträchtliche Festigkeit und geringe Löslichkeit der schnell erhärtenden Überzüge. Diesen Vorzügen gegenüber sind als Übelstände zu nennen: die Schwierigkeit, glatte Schichten von einiger Dicke zu erhalten und die Neigung dickerer Schichten sich an den Rändern zu krümmen und vom Glase loszutrennen.

Reicht man mit dem Brechungsindex von Metastyrol nicht, so kann man zu flüssigem Storax[1]) greifen. Den sehr unreinen Storax der Apotheken verflüssigt man durch Erwärmen und Verrühren mit Benzen und klärt durch Filtrieren. Die Lösung wird konzentriert, bis Probetropfen flach oder wenig gewölbt ausfallen. Nach dem Verdunsten des Lösungsmittels wurde der Brechungsindex = 1.63 gefunden.[2]) Leider wird die Verwendbarkeit dieses Einschlufsmittels durch die aufserordentliche Langsamkeit des Erhärtens beschränkt. Kann man

---

[1]) In der Preisliste von J. D. Möller in Wedel (Holstein) als „Styrax" verzeichnet.

[2]) Die Angabe n = 1.83 in den Tabellen für mikroskopisehe Arbeiten von W. Behrens beruht wohl auf einem Druckfehler. Auch nach stundenlangem Abdampfen auf einem Wasserbade konnte der Brechungsindex von Monazit (1.81) nicht erreicht werden.

die Präparate nicht mehrere Monate lang zum Erhärten liegen lassen, so bleibt kaum etwas anderes übrig, als die Deckgläser durch Lackringe zu befestigen (56).

Es fehlt bis jetzt an zuverlässigen und bequemen Einschlufsmitteln von kleinem Brechungsindex (1.4 und darunter). Eiweifs trocknet amorph ein und hat sehr kleines Brechungsvermögen (n = 1.35), giebt aber mit vielen Substanzen flockige Niederschläge und wird unter dem Trocken rissig. Gummi (n = 1.514) und Dextrin bieten wenig Vorteil gegen Kanadabalsam, Gelatine schrumpft unter dem Trocknen dermafsen, dafs sperrige Krystallgruppen bis zur Unkenntlichkeit verzerrt werden. Glyceringelatine bleibt weich, wie Storax und ist aufserdem für viele organische Substanzen ein Lösungsmittel.

Das Auflegen der Deckgläser geschieht fast immer mit Hilfe von Kanadabalsam. Man kauft denselben am besten in Tuben, worin er sich sehr lange hält ohne gelblich und zähe zu werden, und verwendet ihn ohne weitere Vorbereitung. Man hat allein für guten Verschlufs zu sorgen und hierfür von Zeit zu Zeit von der Verschlufsschraube verhärteten Balsam durch Abkratzen des erwärmten Metalls und Abwischen mit Baumwolle und Benzen zu entfernen.

7. Einschlufsmittel für Trockenpräparate.

Trockenpräparate (Einschlufs in Luft) erfordern Schutzringe zwischen Objektträgern und Deckgläsern. Dieselben sind nicht allein dazu bestimmt, Zerdrücken der Objekte bei dem Auflegen der Deckgläser zu verhüten, sondern auch, Abdichtung durch Anbringen von Lackringen vorzubereiten. Ohne derartige Ringe ist der Lack geneigt, zwischen Objektträger und Deckglas zu kriechen und das Präparat unansehnlich zu machen. Man fertigt die Ringe aus beiderseits gummiertem Papier, wovon man Streifen von 15 mm Breite schneidet, die mit scharfen Korkbohrern von 8 und 10 mm Durchmesser gelocht werden. Für die meisten Präparate ist Schreibpapier dick genug, für einzelne besonders dicke Präparate nimmt man dünnes glattes Zeichenpapier. Zum Aufkleben der Schutzringe bedarf man flüssigen Leim und einen spitzigen, ziemlich steifen Pinsel, zum Beschneiden eine kleine Schere, am besten eine solche, die auf die Fläche gebogen ist, zum Abdichten der Präparate farbigen Spirituslack, Lackpinsel und Drehscheibe.[1])

[1]) Von W. & H. Seibert, Wetzlar, zu beziehen für 12 Mk.

8. Bewahren von Dauerpräparaten.

Zum Schlusse mögen noch einige Zeilen über Ordnen und Bewahren von Dauerpräparaten Platz finden. Für zeitweilige Unterbringung während der Anfertigung sind flache Tafeln mit Schutzstegen für 25 Präparate und gewölbten Klappdeckeln[1]) sehr zweckmäfsig. Tafeln derselben Art, ohne Deckel, sind für bleibende Unterbringung zu empfehlen. Je zehn Tafeln werden in einen Sammelkasten von starker Pappe eingeschoben. Sammelkästen mit Zahnleisten sind ein wenig billiger und leichter, dafür ist die Sammlung aber auch viel weniger übersichtlich. Ordnet man die Präparate auf Tafeln, so kann man einen Katalog entbehren, da man die Etiketten vor sich hat. Damit diese stets leserlich bleiben, ist zum Schreiben flüssige Tusche statt gewöhnlicher Schreibtinte anzuraten. Will man möglichst sicher gehen, so gebe man aufserdem jedem Präparat mit einem Schreibdiamant eine Laufnummer und trage es unter dieser Nummer in einen Katalag ein. —

II. Gefärbte Präparate.

A. Präparate von Faserstoffen.

9. Differenziierte Färbung mit einem Farbstoff.

In betreff der Farbstoffe und ihres Verhaltens gegen verschiedene Faserstoffe kann auf das zweite Heft der mikrochemischen Analyse organischer Verbindungen verwiesen werden. Hier sind Vorschriften nachzuholen, die beachtet werden müssen, wenn es gilt, in einem Gemenge verschiedener Faserstoffe möglichst starke Gegensätze der Färbung hervorzubringen und dieselben in Dauerpräparaten mit unverminderter Stärke und gesicherter Haltbarkeit festzulegen.

Als erste, allgemein gültige Regel kann hingestellt werden, dafs die Färbung für den vorliegenden Zweck niemals erzwungen werden darf. Siedetemperatur und reichliche Anwendung beschleunigender Chemikalien sind zu vermeiden. Beide führen zu gleichmäfsiger Färbung sämtlicher Fasern, die nur durch langes Auswaschen zu

---

[1]) Muster P der Preisliste von F. Hoffmann, Holbeinstr. 109, Dresden.

beseitigen ist. Schliefslich ist wohl dreimal so viel Zeit aufgewendet als man zu sparen dachte und man hat ein Präparat von flauer Färbung, in welcher die verlangten kräftigen Gegensätze fehlen. Als Beispiel kann die Unterscheidung von Seide und Wolle mit Hilfe von Methylenblau dienen. Man färbt mit einer gesättigten Lösung, die mit Essigsäure angesäuert ist. Kocht man, so ist nach einer Minute alles stark gefärbt, die Wolle mit einem Stich ins Grünliche. Man mufs dann lange auswaschen um ihre Färbung auf ein schwaches Grün herunter zu bringen und kann nicht verhindern, dafs hierbei auch die blaue Farbe der Seide merklich blasser wird. Erwärmt man zu Anfang bis 40° und lässt die Färbung bei gewöhnlicher Temperatur weiter gehen, so nimmt der Färbeprozefs wohl fünf Minuten in Anspruch, dafür findet man aber auch die Wolle kaum gefärbt. Abspülen mit kaltem Wasser genügt um die Mehrzahl der Wollfasern farblos, die übrigen schwach grünlich zu machen, während das Veilchenblau der Seide in unverminderter Stärke bestehen bleibt. Ebenso gestaltet sich der Vorgang, wenn man mit Safranin rot färbt. Wendet man statt Safranin Croceïnscharlach und verdünnte Schwefelsäure an, so verläuft die Färbung von Anfang bei Zimmertemperatur.

10. Differenziierte Färbung mit mehreren Farbstoffen.

Sollen in einem Präparat zwei oder drei Farben zur Anwendung kommen, so ist in der Regel mehr zu erreichen, wenn sie nacheinander als wenn sie nebeneinander, in gemischter Lösung, angewendet werden. Eine Mischung von Benzoazurin, Benzobraun und Diphenylaminorgane färbt tierische Faserstoffe gelb, Jute und Holz braun, sie bringt auch auf reinen Bastfasern und auf Holzzellen verschiedene Färbung hervor. Dennoch macht auch diese recht zuverlässige gemischte Farblösung nur scheinbar eine Ausnahme. Ersetzt man sie, nachdem sie ihre Wirkung gethan hat, durch eine verdünnte Lösung von Benzoazurin, so erfolgt in kurzer Zeit erhebliche Schönung. Das Blau der Holzzellen wird reiner und lebhafter, während die violettlichen und braunen Farbentöne der Bastzellen sich nicht merklich ändern. Bei derartigen Arbeiten ist Auswaschen nicht angebracht. Man läfst die gebrauchte Farblösung ablaufen und hält während dessen das Häufchen Fasern mit einer flach angelegten Nadel zurück, die man allmählich in eine zum Objektträger senkrechte Stellung bringt. Den Rest der Farblösung entfernt man durch einen Streifen Saugkarton, mit dem man die Fasern zusammenschiebt.

Weiter kann man als Regel annehmen, dafs jede folgende Farbe gelindere Behandlung (niedrigere Temperatur und weniger Beschleunigungsmittel) verlangt. Es sei ein Gemenge von Wolle, Jute, Lumpenfasern und Holzzellen gegeben und dieses soll in schwach alkalischen oder neutralen Lösungen in der Weise gefärbt werden, dafs jede Art von Fasern einen besonderen Farbenton erhält. Man beginne mit Rhodamin, unter Zusatz von ein wenig Natriumkarbonat und erhitze mehrmals bis zum Dampfen. Wolle und Jute müssen hochrot gefärbt sein. Man saugt ab, setzt einen Tropfen Wasser zu und saugt abermals ab, wobei die Lumpenfasern und Holzzellen erheblich abblassen. Die zweite Färbung, mit einer Mischung von Chrysophenin und Benzobraun, geht bei einer Anfangstemperatur von 30° und sehr schwach alkalischer Reaktion vor sich, dem entsprechend dauert sie mindestens doppelt so lange. Die Jute wird rotbraun, die übrigen pflanzlichen Fasern werden gelb gefärbt. Nach einmaligem Absaugen erfolgt die dritte Färbung, mit neutraler Lösung von Benzoazurin, bei Zimmertemperatur. Die gelbe Farbe der Holzzellen wird nunmehr durch Blau verdrängt. Geht hierbei die Farbe der Lösung zu sehr ins Grüne, so lässt man sie ablaufen und trägt frische Lösung auf. Erwärmen und Zusatz von Natriumkarbonat oder Natriumsulfat verstärken allerdings die blaue Färbung, haben aber auch leicht Übergreifen auf die Lumpenfasern zur Folge, die alsdann grün ausfallen.

Schliefslich hat man sich noch einzuprägen, dafs bei Färbungsversuchen, welche die Herstellung von Kontrasten bezwecken, der rechte Zeitpunkt für die Beendigung der verschiedenen Operationen durch mikroskopische Beobachtung festgestellt werden mufs. Bei dem Auswaschen macht sich dies von selbst; bei dem Färben hat man von Zeit zu Zeit mit der Nadel eine kleine Probe zu nehmen, die in einen grofsen Tropfen Wasser gebracht und nach dem Ablaufen des Wassers unter dem Mikroskop beurteilt wird. Die hierauf verwendete Zeit wird reichlich vergütet durch die Schönheit der erzielten Präparate.

11. Auswaschen und Einschliessen.

Das schliefsliche Auswaschen darf nicht zu lange fortgesetzt werden, da nur wenige Farbstoffe auf den Fasern in solchem Mafse festgelegt werden, dafs destilliertes Wasser nichts davon löst. Andererseits läuft man bei unzulänglichem Auswaschen Gefahr, um die

Fasern unschöne farbige Säume entstehen zu sehen. Hat man mit sauren Farbstoffen oder mit Salzfarbstoffen gearbeitet, so kann man beiden Übelständen durch rasches Arbeiten aus dem Wege gehen. Man wasche möglichst schnell aus, zunächst mit lauwarmem, dann mit kaltem Wasser, bis die ablaufenden Tropfen nur noch Spuren von Färbung zeigen, und gehe alsdann unverweilt zum Zerteilen von Klümpchen und zum Absaugen über. Je vollständiger das Absaugen ausgeführt werden kann, desto mehr ist man gegen das Entstehen farbiger Säume gesichert.

Basische Farbstoffe können die Einschlufsmittel verunreinigen. Von Methylenblau und Safranin hat man wenig zu fürchten; von Fuchsin und von Malachitgrün nehmen Terpene aus satt gefärbten Präparaten gar nicht unerhebliche Mengen auf, bisweilen so viel, dafs der Grund des mikroskopischen Bildes eine gleichförmige Färbung aufweist. Satt gefärbte Präparate dieser Art müssen gegen Ende des Auswaschens mit Tannin fixiert werden. Bleibt eine Spur ungebundenes Tannin zurück, so schadet dies in keiner Weise.

12. Haltbarkeit der Präparate.

Mit Rücksicht auf Haltbarkeit sind für Anfertigung von Balsampräparaten die Farbstoffe der Kongogruppe (Kongorot, Brillantkongo, Brillantpurpurin, Kongo Rubin, Kongo Korinth) ausgeschlossen. Kanadabalsam bringt nach einigen Tagen eine blaue Färbung hervor, später verblasst diese und oft ist nach einigen Wochen kaum eine Andeutung von Färbung übrig. Dammarharz schien haltbare Präparate zu geben, nach einem halben Jahre waren auch diese verblasst. Metastyrol scheint auch nicht genügenden Schutz zu gewähren. So bleibt nichts übrig, als für Balsampräparate die Kombination von Kongorot mit Malachitgrün fahren zu lassen und an die Stelle des Kongorots das haltbare Benzoazurin, an die Stelle des Malachitgrüns Rhodamin oder Diphenylamingelb zu setzen. Benzopurpurin ist haltbarer als Kongorot, immerhin wird man gut thun, ihm einen schützenden Überzug von Metastyrol zu geben. Saure Farbstoffe werden nicht von Balsam angegriffen, ebensowenig basische, dagegen sind mehrere der letzteren recht wärmeempfindlich. Fasern, die mit Safranin gefärbt sind, ändern schon auf dem Wasserbade ihren Ton, Flachsfasern verlieren zugleich den charakteristischen Dichroismus.

B. Präparate von Gesteinen.

13. Ungeätzte Präparate.

In betreff der Farbstoffe und des allgemeinen Verfahrens bei dem Färben von Gesteinspräparaten kann auf die Anl. zur mikrochem. Anal. 93—96 verwiesen werden.

Schliffe, bei denen es darauf ankommt, die Farblösung in Hohlräume einzutreiben, wie z. B. Glimmerschiefer, Perlite, gefaltete Kalksteine, legt man in siedendes Wasser, hält dieses zwei Minuten in vollem Sieden, fügt Farbstoff zu, unterhält noch fünf Minuten lang gelindes Sieden und lässt erkalten. Nach Abspülen mit reichlichem Wasser wird untersucht und nötigenfalls das Kochen wiederholt. Dichte Kalksteine, Gipse u. dgl. lasse man einen Tag lang in der Farblösung liegen. Ist die Oberfläche mit Farbstoff überladen, so geht man zum Schönen mit Salzsäure über (s. weiter unten), falls die Beschaffenheit des Gesteins dies gestattet, andernfalls reibt man mit Alkohol ab und poliert mit Kork und Zinnasche, unter Befeuchtung mit einem Tropfen Wasser.

14. Geätzte Präparate.

Geätzte Präparate von basischen Gesteinen, Schlacken und anderen Entglasungsprodukten können bei Zimmertemperatur gefärbt werden, und müssen dann nicht selten länger als einen Tag in der Farblösung liegen, will man die bestmöglichste Wirkung erhalten. Erhitzen fördert in hohem Grade und bringt keinen der Nachteile mit sich, die bei den Faserstoffen zur Sprache kamen. Es kann dabei vorkommen, dafs die Oberfläche der Schliffe, zumal wenn dieselbe höckerig ist, mit Farbstoff überladen wird, auch können Schliffe, die mit Methylenblau oder Malachitgrün behandelt sind, durch dunkle Färbung zu viel an Durchsichtigkeit einbüssen. Man verwende diese Farbstoffe nur für die dünnsten Schliffe; für Rhodamin und Safranin dürfen die Präparate ein gut Teil dicker sein. Übrigens ist beiden Übelständen leicht abzuhelfen. Handelt es sich nur um Überladung der Oberfläche, so überfährt man die Präparate mit einer in konzentrierte Salzsäure getauchten Federfahne und läfst sie sogleich in eine Schüssel mit Wasser gleiten. Hierin löst sich ein saures Salz der Farbbase, gleichzeitig wird durch Hydrolyse das normale Salz zurückgebildet und zum Teil wieder auf dem Schliff festgelegt. Ist die Aufhellung genügend, so kann das Präparat zum Trocknen bei-

seite gelegt werden; ist tiefer eingreifende Aufhellung nötig, so lege man es in siedendes Wasser und füge in Zwischenräumen von einer Minute tropfenweis Salzsäure zu, bis die erforderliche Aufhellung erreicht ist. Nach dem Spülen wird man die Oberfläche verblafst finden, man schönt alsdann zehn Minuten lang in einer verdünnten Farblösung, welcher man ein wenig Ammoniumkarbonat zugesetzt hat, spült unter einem Wasserstrahl und trocknet. Was die Haltbarkeit der Präparate betrifft, so mufs zuvörderst bemerkt werden, dass keiner der in Anwendung kommenden Farbstoffe auf die Dauer lichtbeständig heissen kann. Fuchsin hat auch im Dunkeln unter Kanadabalsam starke Veränderung erlitten, es hat im Lauf der Zeit eine unschöne blauviolette Färbung angenommen. Mit Methylenblau und mit Safranin vor fünf Jahren gefärbte und in Kanadabalsam eingelegte Präparate sind unverändert geblieben. Malachitgrün scheint einen geringen Stich ins Gelbe angenommen zu haben. Über die Haltbarkeit von Rhodamin, das in Löslichkeit dem Malachitgrün nahe kommt und hierdurch berufen scheint, das Fuchsin zu verdrängen, fehlt es noch an Beobachtungen, die sich über einen gleich langen Zeitraum erstrecken.

III. Sublimate.

15. Allgemeines.

Von Sublimaten erhält man mit dem kleinsten Aufwand an Zeit und Arbeit die lohnendsten Präparate. Einige derselben (Anthracen, Phenantren, Phtalsäureanhydrid, Indigo u. a.) können unmittelbar nach der Sublimation zu Trockenpräparaten verarbeitet werden (Abschn. VII), andere (Morphin, Strychnin, Cinchonidin, Fumarsäure, Zimtsäure u. a.) erfordern allerdings Umkrystallisieren, aber dieses führt dann auch wieder zu einem fertigen Präparat, da das langwierige und heikele Auswaschen wegfällt.

Je nach dem Material, von welchem man ausgeht und je nachdem das Präparat in auffallendem oder in durchgehendem Licht betrachtet werden soll, kann die Darstellung von Sublimaten sehr verschieden sein.

16. Anorganische Präparate.

Die Sublimation der meisten anorganischen Substanzen erfordert hohe Temperaturen, denen die auffangenden Objektträger nur kurze Zeit ausgesetzt werden dürfen, zugleich bewirken die aufsteigenden Verbrennungsgase starke Verdünnung und Ausbreitung der Dämpfe, so dafs hier nicht auf dicke und auf grofskrystallinische Beschläge zu rechnen ist.[1]) Für auffallendes Licht eignen sich Sublimate von Selen und von metallischem Quecksilber. Sublimate von Selen sind als Trockenpräparate zu bewahren, Sublimate von Quecksilber können ohne Schwierigkeit und mit gutem Erfolg in Dammarharz und Kanadabalsam eingeschlossen werden. Chlorammonium sublimiert sehr leicht, weniger leicht, immerhin noch auf einem Objektträger zu verflüchtigen ist Mercurichlorid. Das erstere kann durch Anhauchen zum Krystallisieren gebracht werden, das letztere kann, ebenso wie Bleichlorid, krystallinische Beschläge liefern. Bleichlorid ist aus heifsem Wasser, Thallochlorid aus heisser verdünnter Salzsäure umzukrystallisieren. Hierbei kommt es darauf an, mit flachen Tropfen zu arbeiten, die nur den dicksten Teil der Beschläge bedecken. Man mufs schnell erhitzen und ebenso schnell, durch Auflegen auf eine dicke Platte von Metall oder Glas abkühlen. Weiter kann man allzuschnellem Verdampfen durch Bedecken mit einem angefeuchteten Uhrglase entgegenwirken, das man während des Erkaltens abnimmt.

17. Organische Präparate.

Organische Substanzen sublimieren bei verhältnismäfsig niedrigen Temperaturen. Es sind ihrer nur wenige (Chrysen, Indigo, Theobromin), deren Sublimationstemperatur über 200° liegt. Als Unterlage benutzt man Stücke von Objektträgern. Man bringt die Substanz in einen kleinen Wassertropfen, der in eine Ecke des Objektträgers, etwa 8 mm von den Kanten entfernt, gesetzt ist, verteilt sie darin und trocknet. Dies hat zum Zweck, leichte Substanzen, die sonst ein lockeres Häufchen bilden würden, in innige Berührung mit dem Glase zu bringen. Man fährt mit Erhitzen fort, bis sich Dämpfe entwickeln und bringt nun das heifse Glas mit der Substanz unter den in der linken Hand bereit gehaltenen auffangenden Objektträger.

---

[1]) Um dicke Beschläge zu erhalten, mufs man auf Glimmer sublimieren, unter Anwendung eines Asbestringes und einer kleinen Gebläseflamme. S. § 18.

Bei diesem Verfahren vermeidet man die verdünnende und fortführende Wirkung der Flammengase und hat den ganzen Verlauf der Sublimation so viel mehr in der Hand, dafs man nur ausnahmsweise ununterbrochene Erhitzung anwenden wird. Die schnelle Abkühlung der Dämpfe, welche durch die geringe Entfernung und die niedrige Temperatur des auffangenden Objektträgers bedingt ist, macht es möglich, nach einiger Übung mittelst dieses einfachen Verfahrens Sublimate von Substanzen herzustellen, die noch vor kurzem nicht für sublimierbar galten (u. a. Hippursäure, Glykokoll).

18. Sublimieren in geschlossenem Raum.

Substanzen, deren Dämpfe besondere Neigung haben, sich auszubreiten, wie Resorcinol, α-Naphtol, sublimiert man in Asbestringen, womit auch Ungeübte von den meisten Substanzen gute Sublimate erhalten werden. Für die Sublimation von schwerflüchtigen Substanzen müssen dünne Ringe (0.7 — 1.0 mm) genommen werden und ein dünnes Glimmerplättchen, das von einem Drahtring getragen wird, als Unterlage. Man erhitzt in diesem Fall ohne Unterbrechung.[1]) Für leicht zersetzbare Substanzen bedient man sich dünner Ringe auf Glas gelegt, kühlt die aufgelegten Objektträger mit Wassertropfen und unterbricht das Erhitzen, sobald sich Dämpfe zeigen. In schwierigen Fällen dieser Art bleibt das Sublimieren aus freier Hand überlegen.

19. Anfertigen von Asbestringen.

Die Ringe werden mittelst eines Locheisens von 8—10 mm aus Streifen Asbestpappe von der doppelten Breite verfertigt. Nach dem Lochen zerschneidet man die Streifen in quadratische Stücke und kann von diesen mit einem Messer dünnere Ringe abspalten. Schliefslich wird die Papiermasse durch Glühen zerstört und der zurückbleibende Asbestring zwischen zwei Metallplatten in einem Schraubstock geglättet und auf die Hälfte der Dicke zusammengepreſst. Auch nach starkem Pressen bleiben dünne Ringe recht zerbrechlich. Man kann ihnen mehr Festigkeit geben durch Eintauchen in dünnen Thonbrei,

---

[1]) Von Bleichlorid erhält man nach diesem Verfahren mit einem leuchtenden Flämmchen von 15 mm Höhe in einer halben Minute einen dicken undurchsichtigen Beschlag. Mit einer kleinen Gebläseflamme sublimiert Bleichlorid fast augenblicklich. Bleisulfat sublimiert unter diesen Bedingungen nicht, während Natrium- und Kaliumsulfat krystallisierbare Beschläge liefern.

Pressen in halbtrockenem Zustande und scharfes Glühen nach vollständigem Austrocknen.

Besser ist es, zwei Streifen Asbestpapier von etwa 0.5 mm Dicke mit dünnem Thonbrei zu bestreichen, sie aufeinander zu drücken und in halbtrockenem Zustande zu lochen und zu zerschneiden. Solche Plättchen werden bei dem Trocknen und Glühen nicht rissig. Sehr fettem Thon setze man bis zu ein Drittel des Volumens von gepulverten feuerfesten Steinen zu.

20. Einfache Substanzen.

Liegt nur eine sublimierbare Substanz vor, so braucht man mit Erhitzen nicht ängstlich zu sein. Man fertigt zunächst einige dünne Beschläge an, geht dann zu dickeren, schliefslich zu ganz undurchsichtigen über, wobei man die Dämpfe durch einen Ring zusammenhält. Einige Substanzen liefern in dünnen Beschlägen gut ausgebildete durchsichtige Krystalle (Kaffeïn, Indigotin); viel gröfser ist die Zahl derjenigen, die anfangs einen nichtssagenden körnigen Beschlag liefern und später, wenn dieser nahezu undurchsichtig geworden ist, gut ausgebildete Krystalle. Ebenso einfach ist die Vollendung der meisten Sublimate dieser Art, da dieselben, teils mit Rücksicht auf die Betrachtung in auffallendem Licht, teils wegen Löslichkeit in Benzen und Terpenen, als Trockenpräparate fertig gemacht werden (55).

21. Gemengte Substanzen.

Ist die Substanz, welche der Sublimation unterzogen werden soll, zu Zersetzung geneigt, oder liegt ein Gemenge mehrerer sublimierbarer Substanzen vor, so mufs man mit Umsicht zu Werke gehen. Es gilt hier, die Temperatur so niedrig wie möglich zu halten. Man erhitzt deshalb mit Unterbrechungen und macht die Zwischenzeiten so lang, dafs die Dampfbildung jedesmal vor dem folgenden Erhitzen völlig zu Ende gegangen ist. Bei der Trennung von Gemengen mittelst Sublimation kommt es aufserdem auf guten Anschlufs zwischen Substanz und Unterlage an.

Als Beispiel kann ein Gemenge von Oxalsäure und Bernsteinsäure dienen, dessen Trennung durch Sublimation sehr wohl ausführbar, aber keineswegs leicht ist. Ein loses Häufchen eines solchen Gemenges mag man noch so vorsichtig erhitzen, man wird von Anfang bis zu Ende der Sublimation gemischte Beschläge erhalten, weil die Dämpfe der Oxalsäure sich geraume Zeit in dem oberen Teil des Häufchens verdichten. Um sie von hier zu vertreiben mufs die

Temperatur so weit gesteigert werden, daſs in den untersten Schichten eine ansehnliche Menge von Bernsteinsäure verflüchtigt wird. Um dem abzuhelfen muſs das Gemenge durch Auflösen und vorsichtiges Abdampfen als dünne zusammenhängende Schicht auf dem Glase befestigt werden, man wird dann bei vorsichtigem Erhitzen mit langen Zwischenzeiten darauf rechnen können, daſs überall die Sublimationstemperatur der Oxalsäure erreicht sein wird, bevor erhebliche Mengen von Bernsteinsäuredampf entwichen sind. Es gelingt in der That, auf diesem Wege Beschläge von Oxalsäure zu erhalten, in denen nur Spuren von Bernsteinsäure zu finden sind. Schwieriger ist die Reindarstellung der Bernsteinsäure. Sie gelingt nur dann, wenn man vor dem nächstfolgenden Erhitzen und Wechseln des auffangenden Objektträgers die Dampfbildung zu Ende gehen läſst, da sonst während der Sublimation der Bernsteinsäure noch Oxalsäure übrig sein würde. Aus demselben Grunde muſs, wenn ein Ring benutzt wird, auch dieser gewechselt oder ausgeglüht werden. Das letztere ist miſslich, weil man mit allzuviel Abwarten und Abkühlen wiederum Gefahr läuft, das Ziel zu verfehlen. Zwischenprodukte erhält man auf jeden Fall und man wird, um zwei brauchbare Präparate zu gewinnen, vier oder fünf Beschläge anfertigen und mustern müssen.

In ähnlicher Weise verläuft fraktionierte Sublimation von Chinaalkaloiden. Im ersten Beschlage kann nahezu reines Cinchonin angehäuft werden, die nächsten enthalten Cinchonidin mit dem Rest des Cinchonins, dann folgt, nach einer kurzen Pause, ein durch Sublimation nicht zu scheidendes Gemisch von Chinin und Chinidin. Ein Stillstand von längerer Dauer zeigt sich bei fraktionierter Sublimation der Nitro- und Amidobenzoësäuren, deren p-Modifikation fast rein in den letzten Beschlägen abgeschieden werden kann. Noch leichter zu behandeln sind Gemenge von Kaffeïn und Theobromin, deren Sublimationstemperaturen an 100^0 auseinandergehen.

22. Umkrystallisieren aus Wasser.

Beschläge, die keine deutliche Krystallisation wahrnehmen lassen, müssen umkrystallisiert oder Fällungsversuchen (Abschn. V) unterzogen werden. Ammoniumchlorid, Oxalsäure, Kaffeïn können durch bloſses Anhauchen des erkalteten Objektträgers zu charakteristischer Krystallisation gebracht werden, ebenso die zwei- und dreiwertigen Phenole.

Beschläge von weniger löslichen Substanzen, wie Cinchonin, Cinchonidin, Fumarsäure, Gallussäure, versieht man mit einem Wasser-

tröpfchen, das nicht zu völliger Auflösung ausreicht, breitet dieses über den gelinde erwärmten Beschlag aus, legt ein angefeuchtetes Uhrgläschen auf, erwärmt rasch, bis der gröfste Teil des Beschlages in Lösung gegangen ist und kühlt eben so schnell ab. Die Krystallbildung pflegt von den ungelöst gebliebenen Resten auszugehen. Nach völligem Erkalten des Objektträgers nimmt man das Uhrglas ab und unterwirft das Präparat einer genaueren Musterung. Abziehen der Mutterlauge ist meistens unnötig; man kann die Krystallbildung unter dem Einflusse freiwilliger Verdunstung zu Ende gehen lassen und hat dann nur noch für das Einschliefsen und Etikettieren zu sorgen.

23. Umkrystallisieren aus anderen Lösungsmitteln.

Erfolgt mit Wasser keine oder unvollkommene Krystallisation, derart, dafs ein grofser Teil des Beschlages unverändert bleibt oder schmilzt, so sind andere Lösungsmittel zu versuchen. Beschläge von Bleisulfat und Beschläge der Oxychloride von Blei und Thallium sind durch Salzsäure zur Krystallisation zu bringen. Mehrere organische Basen, wie Morphin und Strychnin, krystallisieren willig nach Zusatz von Ammoniak. Alkohol ist für den vorliegenden Zweck nicht geeignet, wegen seines lästigen Kriechens auf den Objektträgern.[1]) Benzen ist ein sehr geeignetes Lösungsmittel für Kohlenwasserstoffe, für Chinon, Tetrachlorchinon, für die meisten Chinhydrone; in der Wärme, oder in Kombination mit Schwefelkohlenstoff auch für Schwefel. Nitrobenzen und Phenol lösen in der Wärme reichliche Mengen von Anthrachinon, von Alizarin und von Indigo, die unter dem Erkalten fast vollständig auskrystallisieren. Die schwerflüchtigen Mutterlaugen treibt man durch Alkoholdampf (langsames Umfahren mit einem in Alkohol getauchten Stäbchen) aus und läfst hiernach bei Zimmertemperatur trocknen.

Fällungsversuche an Sublimaten sollen weiter unten, im fünften Abschnitt besprochen werden (40, 42).

IV. Krystallisationen.

24. Krystallisation in Schalen.

Am einfachsten gestalten sich Arbeiten dieser Art, wenn es thunlich ist, die Krystallbildung in kleinen Schalen oder in Uhrgläsern

[1]) Dasselbe gilt von Essigsäure.

vor sich gehen zu lassen. Die letzteren gewähren noch den Vorteil, dafs sie zum Auslesen der Krystalle unter das Mikroskop gebracht werden können, während in Porzellanschalen gezogene Krystalle zu diesem Zweck auf Objektträgern ausgebreitet werden müssen. Als Substanzen, die in Schalen gut ausgebildete Krystalle liefern, sind zu nennen: Kaliumchloroplatinat, Kaliumfluoborat, Gips, Ammonium-Magnesiumphosphat. Das Verfahren ist sehr einfach. Man löst in einer Schale oder in einer Kochflasche bei Siedhitze bis zur Übersättigung, läfst die klare Lösung, nötigenfalls durch ein Filter und einen erwärmten Trichter in eine vorher erwärmte Schale laufen, bedeckt diese mit einem Stück Karton und stülpt ein Kästchen von Pappe oder Holz darüber. Am nächsten Tage läfst man die Mutterlauge abtropfen und die Krystalle an der Luft trocken werden.

25. Mifsbildungen.

Leider ist die Anwendbarkeit eingeschränkter als man denken sollte. In erster Reihe stöfst man bei vielen krystallisierenden Substanzen auf die Neigung, an der Oberfläche der Lösung schwimmende Krystalle zu bilden, welche die wunderlichsten Formen annehmen. Regulär krystallisierende Substanzen können unter diesen Umständen prismatische oder tafelförmige Gebilde liefern und in täuschender Weise rhombische und hexagonale Formen annehmen. Was von diesen Mifsbildungen untersinkt zeigt meistens ein unerwünschtes Wachstum; nicht allein durch Verbrauch von krystallisierbarer Substanz richten diese mifsbildeten Krystalle Schaden an, sondern noch mehr durch Zusammenwachsen mit gut ausgebildeten Krystallen, auf die sie gefallen sind. Bei Krystallisationsversuchen mit Kalium- und Ammoniumchloroplatinat wird man dieser Erscheinung öfter begegnen; als ein besonders schlimmes Beispiel sei Natrium-Uranylacetat genannt. Es ist nichts dagegen zu thun, als dafs man die Krystallisierschale mit einem schlechten Wärmeleiter bedeckt, um womöglich die Krystallbildung am Boden ihren Anfang nehmen zu lassen. Aussäen von mikroskopischen Krystallen derselben Substanz nützt nicht viel. Will man damit einen Versuch machen, so benetze man die Saatkrystalle mit Alkohol und hiernach, bevor aller Alkohol verdunstet ist, mit Wasser, weil man sonst Gefahr laufen würde, dafs ein Teil dieser Krystalle an der Oberfläche hängen bliebe und nun die Erscheinung hervorrufen würde, die man hintan halten will.

26. Krystallisation auf Objektträgern.

Eine Eigentümlichkeit anderer Art, welche man an vielen Substanzen antrifft, besteht darin, dafs sie in Schalen und Uhrgläsern keine rudimentären Krystallgebilde (Krystallskelette und Krystalliten) liefern. Der Verlauf des Krystallisationsvorganges ist ein ganz anderer als in mikrochemischen Probetropfen.

Löst man etwa 0.5 gr. Ammonium-Magnesiumphosphat in Essigsäure, verdünnt diese Lösung mit siedendem Wasser und gieſst sie in ein Übermafs von verdünntem ebenfalls heifsem Ammoniak, so setzt sich Ammonium-Magnesiumphosphat in Gestalt kompakter Kryställchen der bekannten hemimorphen Kombination von Pinakoiden und Domen des rhombischen Systems ab. Bringt man dieselbe Verbindung in einem mikrochemischen Tropfen zur Abscheidung, so treten nur bei weit getriebener Verdünnung die soeben angedeuteten Kryställchen auf, und dann auch nur ausnahmsweise. In der Regel und vorherrschend findet man X-förmige und flügelförmige Skelette sowie zierlich gefiederte sechsstralige Rosetten, die in Krystallisationen in gröfserem Mafsstabe zu den Seltenheiten gehören.

Bei der Darstellung von Fluoriden, Fluosilikaten, Fluoaluminaten und Fluoboraten liegt es nahe, mit gröfseren Quantitäten in Platinschalen zu arbeiten und nach dem Auswaschen und Trocknen die bestentwickelten Krystalle auszulesen. Versucht man dies, so stöfst man auf eine neue Schwierigkeit: die gut ausgebildeten Krystalle, die man bei Versuchen auf Objektträgern kennen gelernt hatte, bleiben aus. Die Krystalle sind mit wenigen Ausnahmen zu grofs und mit Fehlern behaftet. Ihre Flächen sind nicht im Gleichgewicht und sind vielfach bald durch Auswüchse, bald durch Vertiefungen verunstaltet. Substanzen dieser Art, wie Ammoniumfluoaluminat, Ammoniumfluoferrat, Kaliumfluoborat, Natriumniobat, Kaliumbioxalat, müssen nach der Reindarstellung nochmals aufgelöst und in Tropfen auf Objektträgern zur Krystallisation gebracht werden.

27. Abziehen der Mutterlauge.

Die Mutterlauge darf man in der Regel nicht eintrocknen lassen; man läfst sie ablaufen und stellt die Objektträger zum Abtropfen und Trocknen vertikal. Sind die Krystalle recht klein, wie von Natriumfluosilikat und die Quantität der Mutterlauge grofs, so dafs Wegschwemmen der Kryställchen zu befürchten ist, so gilt es, jede ruckweise Bewegung der Flüssigkeit zu vermeiden. Man bringe den

Objektträger in eine wenig geneigte Lage und ziehe nun den Abflufskanal nicht nach abwärts, sondern nach aufwärts. Das Abfliefsen wird durch langsames Umkehren der Neigung und durch Ausbreiten des ablaufenden Tropfens geregelt. In dem Mafse, wie die über den Kryställchen stehende Flüssigkeitsschicht dünner wird, darf man dreister vorgehen. Die letzten Anteile der Mutterlauge nimmt man durch Streichen mit einem flach angelegten Draht und durch Anlegen eines Streifens Saugkarton an das Häufchen von Krystallen weg.

28. Krystallisation durch Verdunsten.

Am häufigsten kommt der Fall vor, dafs sowohl die Auflösung als auch die Krystallisation auf demselben Objektträger bewerkstelligt wird, der als Unterlage für das fertige Präparat dienen soll. Am einfachsten gestaltet sich die Sache, wenn die Krystallbildung durch Verdunsten des Lösungsmittels eingeleitet wird. Meistens kann man das Lösungsmittel vollständig verdunsten lassen und hat alsdann nur darauf zu achten, dafs die Krystallbildung recht gleichmäfsig und ohne Kriechen des Tropfens vor sich gehe. Aus einer Lösung von Schwefel in Schwefelkohlenstoff wird man schwerlich gut ausgebildete Krystalle erhalten, wenn man das Lösungsmittel an freier Luft verdunsten läfst. Die Krystallbildung geht alsdann viel zu schnell und unter viel zu heftigen Strömungen in der Flüssigkeit vor sich. Bedeckt man den Tropfen mit einem Krystallisierschälchen, so wird die Verdunstung verlangsamt und gleichzeitig hört die Bildung wirrer Aggregate an der Oberfläche auf. Wählt man Benzen als Lösungsmittel, so hat man, im Hinblick auf seinen höheren Siedepunkt und sein geringeres Lösungsvermögen einen anderen Weg einzuschlagen. Zunächst bedeckt man, um ohne starke Verdunstung von Benzen rings um den Tropfen erwärmen und hierdurch eine gröfsere Menge von Schwefel in Lösung bringen zu können. Hat man diesen Zweck erreicht, so wird der Objektträger auf einen schlechten Wärmeleiter gelegt und das Deckschälchen abgenommen. Die Krystallisation geht nun unter dem zwiefachen Einfluſs der Verdunstung und der Abkühlung vor sich, während Ausbreitung des Tropfens durch die Wärme des Glases rings um denselben verhindert wird. In derselben Weise wird die Krystallisation von Bleisulfat aus konzentrierter Salzsäure ausgeführt. Die Ausscheidung des Bleisulfats erfolgt durch Verminderung des Lösungsvermögens der Salzsäure, die teils durch Abdunsten von Chlorwasserstoff, teils durch Temperaturverminderung bedingt ist. Die

Krystallbildung kommt geraume Zeit vor dem Eintrocknen zum Stillstand; das letzte Drittel der Salzsäure kann man ohne Schaden ablaufen lassen.

Lösungen von Silberchlorid in Ammoniakflüssigkeit scheiden, an freier Luft verdunstend, an der Oberfläche eine Unzahl sehr kleiner Krystalle aus. Man muſs die Krystallbildung unter Bedeckung vor sich gehen lassen, wie bei der Krystallisation von Schwefel aus einer Lösung in Schwefelkohlenstoff, kann aber den Versuch nicht in derselben Weise zu Ende führen. Verdunsten unter Bedeckung würde mindestens einen Tag in Anspruch nehmen, Verdunsten an freier Luft bringt Strömungen hervor, durch welche die schwimmenden Krystalle gröſstenteils am Rande des Tropfens zusammengehäuft werden. Unter Anwendung der weiter oben (27) gegebenen Vorsichtsmaſsregeln kann man die Mutterlauge abziehen, ohne das Präparat zu schädigen.

29. Krustenbildung.

Viele Substanzen haben die unangenehme Eigenschaft, bei dem Verdunsten der Lösungsmittel Randkrusten zu bilden, in denen bisweilen gut entwickelte Krystalle stecken, die aber kaum zur Hälfte sichtbar sind. Gewöhnlich hilft man sich, wenn man auf diese Schwierigkeit stöſst, mit Zerstören der Krusten, deren Stücke man in der heiſsen Flüssigkeit zu lösen sucht. Man geht hiermit von Krystallisation durch Verdunsten des Lösungsmittels zu Krystallisation durch Abkühlen einer heiſs gesättigten Lösung über. Besser ist es, wenn man Neigung zu Krustenbildung wahrnimmt, die Kruste in dem erkalteten Tropfen zu verteilen, unter Bedeckung mit einem Uhrgläschen bis zur Lösung zu erwärmen und unter Bedeckung erkalten zu lassen. Als Beispiel möge das Additionsprodukt von Karbazol und Phenanthrenchinon (Heft I, 28 b) angeführt werden. Durch Verdunsten von Lösungen in Benzen erhält man nur ausnahmsweise und vereinzelt Krystalle, die ringsum ausgebildet sind. Läſst man abdunsten, zerstört die Krystallmasse und löst die Brocken unter Bedeckung in Benzen, so läſst die erkaltende Lösung vollkommen entwickelte rechtwinklige Tafeln fallen. Ähnliches Verhalten zeigen Kaliumbitartrat und Kaliumantimonyltartrat in Wasser, Kupferacetat und Kupferbutyrat in verdünnter Essigsäure. Randkrusten sind bei dem Auswaschen und Einschlieſsen sehr hinderlich; wenn thunlich, sind sie vor dem Auswaschen zu beseitigen.

30. Zersetzung von Lösungsmitteln.

Krystallisation durch Zersetzung des Lösungsmittels ist im Prinzip

nahe verwandt mit Krystallisation durch Verdunstung; in der Ausführung kommt sie mehr mit Krystallisationen durch Fällung überein, weil in beiden Fällen verunreinigende Zersetzungsprodukte durch Auswaschen weggeschafft werden müssen. Das Verfahren ist zeitraubend, hat aber doch in einzelnen Fällen den Vorzug vor anderen. So ist es das einzig brauchbare, wenn es gilt, von Merkurijodid grofse, vollkommen ausgebildete Krystalle zu gewinnen. Man löst frisch gefälltes Merkurijodid bis zur Sättigung in einer konzentrierten Lösung von Kaliumjodid, verdünnt auf das zehnfache und beginnt nun das Kaliumjodid durch chlorierende oder oxydierende Mittel langsam zu zersetzen. Man kann Salzsäure, Kaliumchlorat und Ferrichlorid nehmen oder Chromsäure und Schwefelsäure. Im ersten Fall regelt man das Fortschreiten der Zersetzung durch den Zusatz von Ferrichlorid, im zweiten Fall durch den Zusatz von Schwefelsäure.

31. Verdünnung von Lösungsmitteln.

Krystallisation durch Verdünnung von Lösungsmitteln, im Prinzip verwandt mit Krystallisation durch Abkühlung, kommt hauptsächlich für Substanzen zur Anwendung, die in konzentrierter Schwefelsäure gelöst sind, wie die Sulfate von Barium und Strontium, mehrere Chinone und Oxychinone (Anthrachinon, Phenanthrenchinon, Alizarin), daneben für Lösungen in Glycerin (Jodide von Chinolin, Morphin, Codeïn). Das Verfahren ist aufserordentlich einfach: man löst in warmer konzentrierter Schwefelsäure und legt die Präparate für einige Stunden unbedeckt zur Seite. Bei dem Lösen macht die Neigung heifser Schwefelsäure, auf dem Objektträger zu kriechen, einige Schwierigkeit. Man umgeht dieselbe, indem man das Lösen in einer Ecke vornimmt und in einem Viertelskreis um diese Ecke erwärmt. Nachdem die Lösung einigermafsen abgekühlt ist, überträgt man sie auf die Mitte des für das Präparat bestimmten Objektträgers. Recht mifslich ist das Auswaschen, welches durch Dickflüssigkeit, durch hohes specifisches Gewicht der Mutterlauge und durch starke Diffusionsströmungen in hohem Mafse erschwert wird. Mit Wassertröpfchen läuft man, auch bei gröfster Vorsicht, Gefahr, die Präparate zu verderben; langsamer, aber auch sicherer kommt man mit Wasserdämpfen zum Ziel. Man läfst das Präparat, mit Wachs auf einem Stück Holz befestigt, in einer Schale mit Wasser schwimmen, so dafs eine der kurzen Kanten in das Wasser taucht und stülpt ein Becherglas darüber. Nach sechs Stunden kann man der Dampfbildung durch allmähliches

Erwärmen des Wassers nachhelfen und nach weiteren sechs Stunden das Präparat untersuchen und nötigenfalls mit einigen Wassertröpfchen vollends auswaschen.

Von Bariumsulfat erhält man gut ausgebildete, aber sehr kleine Krystalle (10 μ), viermal so grofse von Strontiumsulfat. Phenanthrenchinon zeigt zu Anfang und im weiteren Verlauf der Krystallisation ungleiches Verhalten. Zuerst entstehen Büschel gelber Haare, die sich über die ganze Oberfläche des Tropfens verbreiten, später kommen im Innern des Tropfens dickere Prismen und Tafeln zum Vorschein, die keine Farbenänderung zeigen, während die Büschel, über dem Objekttischnikol gedreht, ihre Farbe von Gelb zu Schwarzbraun ändern.[1])

Es liegt nahe, in ähnlicher Weise von Verdünnung mit Alkohol Gebrauch zu machen, den man in Dampfform von Wasser absorbieren läfst. Für Untersuchungen kann dieser Kunstgriff gute Dienste leisten; für die Darstellung von Dauerpräparaten hat er sich bis jetzt nicht bewährt. Die Versuche (mit Kaliumchloroplatinat, Gips, Kaliumbitartrat) scheiterten an der Kleinheit der Krystalle. Stets bildete sich an der Oberfläche eine Haut von sehr kleinen schwimmenden Krystallen; das Entstehen gröfserer Krystalle, wie bei Phenanthrenchinon, wurde hier nicht wahrgenommen. Wahrscheinlich würde mit Dämpfen einer Flüssigkeit, schwerer als Wasser, mehr zu erreichen sein.

32. Abkühlen heifser Lösungen.

Krystallisation durch Abkühlen heifs gesättigter Lösungen kommt oft in Anwendung. Für Untersuchungen kommt man meistens in wenigen Minuten zum Ziel; sollen Schaustücke hergestellt werden, so erfordert dies Bedeckung während des Krystallisierens und das Zehnfache an Zeit. Für jede Substanz besteht eine mittlere, durch Ausprobieren zu ermittelnde Konzentration, bei welcher die gröfsten gut ausgebildeten Krystalle erhalten werden. Von der Richtigkeit dieser Behauptung kann man sich leicht durch einige Versuche mit

[1]) Die Ursache dieses ungewöhnlichen Dichroismus wird bei dem Fertigmachen der Präparate offenbar. Nach dem Trocknen ist die Farbenänderung geschwächt, noch mehr nach dem Einschliefsen in Dammar oder Balsam. In Metastyrol verschwindet sie gänzlich. Es liegt also nicht ungleiche Absorption, sondern ungleiche Reflexion der beiden Strahlenbündel vor. Derselbe unechte Dichroismus kommt u. a. an dem Nitrat von Berberin vor.

Kaliumchloroplatinat und mit Thallochlorid überzeugen. Lösungen, die bei Siedhitze gesättigt sind, lassen Aggregate kleiner Krystalle und Krystallskelette fallen, zu denen sich später einzelne gröfsere vollkommen entwickelte Krystalle gesellen können. Stark verdünnte Lösungen lassen lange auf das Eintreten der Krystallbildung warten und es scheint von Nebenumständen abzuhängen, ob daraus eine gröfsere Anzahl kleiner oder wenige grofse Krystalle hervorgehen sollen. Wird die Lösung bei mittlerer Temperatur gesättigt, dann bis zu beginnendem Sieden erwärmt und bedeckt, so kann man darauf rechnen, dafs in nicht allzulanger Zeit neben kleinen eine beträchtliche Anzahl gröfserer gut entwickelter Krystalle entstehen wird.

33. Übersättigte Lösungen.

Bisweilen bleibt bei dem Abkühlen heifs gesättigter Lösungen die Krystallisation aus oder auf einzelne Stellen des Präparats beschränkt. Die Lösung kann in diesem Zustande der Übersättigung klar bleiben (Cäsiumalaun, Kaliumbitartrat, Kobaltomerkurisulfocyanat in heifsem Wasser), es können sich auch Sphäroïde abscheiden,[1]) die Öltröpfchen ähnlich sehen (Schwefel in heifsem Anilin oder Chinolin, Acetanilid, Antipyrin, Atropin, Cocaïn, Codeïn in heifsem Wasser). Derartige Tröpfchen werden am häufigsten bei Substanzen angetroffen, deren Schmelzpunkt unter oder doch nur wenige Grade über dem Siedepunkte von Wasser liegt. Sie pflegen dann nach einiger Zeit krystallinisch zu erstarren und thun dies augenblicklich, wenn sie mit einem Krystall derselben Substanz in Berührung kommen.[2])

[1]) Ob in diesen Sphäroiden Lösungsmittel enthalten ist, oder nicht, bleibt dahingestellt. Ihre Beständigkeit in stark verunreinigten Lösungen spricht für die eine, ihr Krystallisieren zu kompakten Krystallen oder dichten Aggregaten, ohne sichtbare Einschlüsse, spricht für die andere Annahme. Sphäroïde von Schwefel befinden sich in labilem Zustande, man kann sie nach Belieben als α- und als β-Schwefel krystallisieren lassen. Von ihnen könnte man sich vorstellen, dafs sie annähernd gleich viele Moleküle beider Modifikationen enthalten und aus diesem Grunde in amorphem Zustande verharren.

[2]) Als Ausnahmen sind zu verzeichnen: Schwefeltröpfchen, die tagelang bei Zimmertemperatur flüssig bleiben können, auch nach völligem Verdunsten des Lösungsmittels, und Tröpfchen von Codeïn und Atropin in Lösungen die viel Natriumkarbonat, von Chininsulfat in solchen die viel Natriumsulfat enthalten. Die Verunreinigungen bringen solche Unempfindlichkeit hervor, dafs man in den Tröpfchen Krystalle zerdrücken kann, ohne damit sofortige Krystallisation hervorzubringen.

Übersättigte, klar gebliebene Lösungen können durch Aussäen von Kryställchen derselben Substanz, viele derselben auch durch Erschütterungen zum Krystallisieren gebracht werden. Die Vorgänge, welche hierbei in das Spiel kommen, sind nur zum kleineren Teil aufgeklärt. Es kann vorkommen, dafs die Krystalle einer Randkruste, z. B. von Kaliumbitartrat, nicht wachsen, obwohl der Tropfen, in welchen sie hineinragen, sich im Zustande der Übersättigung befindet. Schiebt man ein Stück der Kruste in die Mitte des Tropfens, so pflegt es unthätig zu bleiben, alsbald sieht man aber Kryställchen auf dem Wege entstehen, den das fortgeschobene Krystallaggregat auf dem Glase durchlaufen hat. Klopfen auf den Objektträger, Fallenlassen auf den Objekttisch, ist wirkungslos, Rühren in der Flüssigkeit mit einem geputzten Platindraht, pflegt ebenfalls ohne Wirkung zu bleiben, während ein leichter Strich mit dem Draht in der Regel Krystallbildung zur Folge hat, wenn derselbe das Glas unter der übersättigten Lösung streifte. Selten ist die Wirkung eine augenblickliche, meistens hat man zehn Sekunden bis eine Minute zu warten, bis ein feiner weifser Strich sichtbar wird, der zu einer Doppelreihe von Kryställchen auswächst, die senkrecht zu der Richtung des Striches gestellt sind. Zerdrücken eines Krystalls hat in der Regel augenblickliche Wirkung, es sei denn, dafs die Lösung stark verunreinigt ist, wodurch die Krystallisationsfähigkeit ausserordentlich herabgesetzt werden kann. An der Stelle, wo der Krystall zerdrückt wurde, pflegt ein dichtes Haufwerk von Kryställchen zu entstehen, die Bahn bezeichnend, längs welcher die Splitter das Glas gestreift haben, weiterhin wachsen zerstreute Splitter zu mehr oder minder vollkommenen Krystallen aus. Fast ebenso kräftig wirken mikroskopische, in vollem Wachstum begriffene Kryställchen, während gröfsere Krystalle in einer übersättigten Lösung lange unverändert bleiben können und Sprossen zu bilden pflegen, statt gleichmäfsig weiter zu wachsen.

34. Aussäen von Krystallen.

Um für die Krystallisation übersättigter Lösungen von dem Aussäen Vorteil zu ziehen, wird in einem Tröpfchen die Krystallbildung durch Reiben mit einem Platindraht oder durch Zerdrücken eines Körnchens der Substanz eingeleitet. Ist dieselbe in vollem Gange, so wird der gröfsere Tropfen mit der Spitze des Drahts berührt, mit der Vorsicht, das Glas nicht zu streifen. Im günstigen

Fall zeigt sich alsbald an der berührten Stelle ein Wölkchen von winzigen Krystallen, das sich in der Flüssigkeit ausbreitet, andernfalls mufs der Versuch wiederholt werden.

Präparate, in denen Tropfen ausgeschieden und krystallinisch erstarrt sind, lassen keine Verbesserung zu. Amorph gebliebene Sphäroïde können verschwinden, wenn Verdunstung und Staub ausgeschlossen werden. Sie sind löslicher, als Krystalle derselben Substanz, und so kann es geschehen, dafs sie durch benachbarte wachsende Krystalle gleichsam aufgezehrt werden.

V. Fällungen.

Zwischen mikrochemischer Krystallisation und Fällung ist schwer eine scharfe Grenze zu ziehen. Als Fällungspräparate sollen hier diejenigen zusammengefafst werden, bei deren Darstellung Nebenprodukte entstehen, welche durch Auswaschen weggeschafft werden müssen. Das unvermeidliche Auswaschen macht diese Darstellungsweise mühsam und zeitraubend; dafs dieselbe dennoch häufiger als alle anderen zur Anwendung kommt, hat seinen Grund darin, dafs von vielen Verbindungen nur auf diesem Wege charakteristische Präparate zu gewinnen sind.

Als oberster Grundsatz gilt, dafs Fällungen, die mustergültige Krystalle liefern sollen, so weit wie möglich verlangsamt werden müssen. Dieser Zweck ist, je nach Umständen, auf verschiedene Weise zu erreichen.

A. Fällung bei gewöhnlicher Temperatur.

35. Fällung von einem Punkt aus.

Handelt es sich um Verbindungen, die nicht gar zu schwer löslich sind, die aber bei Krystallisation aus heifser Lösung Schwierigkeiten machen, so werden dieselben durch Fällung bei gewöhnlicher Temperatur dargestellt, unter Bedingungen, welche gestatten, von Diffusion, von dem Aussäen in übersättigten Lösungen und von langsamem Verdunsten Nutzen zu ziehen. Von dem Reagens wird ein Tröpfchen konzentrierter Lösung, wo es angeht, einige Körnchen der festen Substanz, in die zu fällende Lösung gebracht, vorzugsweise in

der Nähe des Randes und unter Vermeiden von Umrühren und Erschütterung. Alsbald tritt an der Einsatzstelle Krystallbildung auf, die sich in gröfserem Abstande durch Verdünnung des Fällungsmittels verlangsamt. Durch die hiermit verbundenen Strömungen werden Kryställchen mitgeführt und in dem Tropfen verbreitet, wo sie in übersättigter Lösung langsam wachsen. Während dieser Zeit, die von zwei bis zu sechs Stunden betragen kann, ist das Präparat mit einem Krystallisierschälchen bedeckt, unter dessen Rand man einen Kartonstreifen oder ein Hölzchen geschoben hat, so dafs die Verdunstung stark verzögert, aber nicht verhindert wird. — Aus der grofsen Zahl von Verbindungen, für deren Darstellung dieses Verfahren Anwendung findet, mögen als Beispiele hervorgehoben werden: Kaliumchloroplatinat, aus angesäuerter Lösung von Platinichlorid und Kaliumnitrat; Natriumfluosilikat aus Ammoniumfluosilikat und Natriumchlorid; Natrium-Uranylacetat aus Uranylacetat und mit Essigsäure angesäuerter Lösung von Natriumacetat; Thallochlorid aus Thallonitrat und Ammoniumchlorid; Kobalto-Merkurisulfocyanat aus Ammonium-Merkurisulfocyanat und mit Essigsäure angesäuerter Lösung von Kobaltoacetat; Ammonium-Magnesiumphosphat aus Natriumphosphat und einer Lösung von Magnesiumacetat, Ammoniumchlorid und Ammoniumkarbonat; Cäsiumalaun aus Cäsiumchlorid und Aluminiumsulfat, mit einem kleinen Zusatz von Schwefelsäure; Thallo-Uranylkarbonat, aus Thallonitrat und einer Lösung von Uranylacetat und Ammoniumkarbonat; Ammoniummetavanadat, aus Ammoniumchlorid und einer Lösung von Vanadinsäure in Ammoniak.

36. Mischkrystalle.

Das beschriebene Verfahren kann mit geringen Abänderungen auch der Darstellung von Umhüllungen und von Mischkrystallen angepafst werden. Sollen Umhüllungen von Kaliumjodoplatinat mit Kaliumbromoplatinat hergestellt werden, so gelingt dies in einer Lösung, die Kaliumjodid und Kaliumbromid enthält, durch fraktionierte Fällung mit einer Lösung von Platinisulfat, die so weit verdünnt ist, dafs sie nicht sogleich Krystallbildung hervorruft. Von Mischkrystallen des Permanganats und Perchlorats von Rubidium kann ohne Schwierigkeit ein Präparat angefertigt werden, das alle Abstufungen in ununterbrochener Folge zeigt. Hierfür wird in eine kalt gesättigte Lösung von Kaliumperchlorat in der Nähe des Randes ein Körnchen Kaliumpermanganat gebracht, danach, wenn

die Rötung sich bis zum Mittelpunkt des Tropfens ausgedehnt hat, ebenfalls in der Nähe des Randes, in die Grenze von rot und farblos, etwa zweimal so viel Rubidiumchlorid. Nach Beendigung der Krystallisation mufs das Abziehen und Auswaschen nach der Seite des Permanganats geleitet werden, um einen Überschufs desselben auf kürzestem Wege zu beseitigen. In ähnlicher Weise sind übersichtliche Präparate der Mischkrystalle von Zink-Merkurisulfocyanat und Cupri-Merkurisulfocyanat herzustellen. Essigsäure dient hierbei als verzögerndes Mittel. Stärkere Mittel müssen angewendet werden, wenn es gilt, durch Fällung einer Silberlösung mit Ammoniumbichromat Übersichtspräparate der Mischkrystalle von Silbersulfat und Silberchromat herzustellen. Hier bedarf es eines starken Zusatzes von Salpetersäure und Schwefelsäure um das Silberchromat so lange in Lösung zu halten, dafs Mischung mit Silbersulfat erfolgen kann.

37. Fällung mit Umrühren.

Von einigen Verbindungen (Natrium-Magnesium-Uranylacetat, Isonitrosoantipyrin) hält es schwer, nach dem oben beschriebenen Verfahren gut entwickelte Krystalle zu gewinnen. In der Mehrzahl dieser Fälle liegt ausgesprochene Neigung zur Bildung übersättigter Lösungen vor. Man macht sich diesen Umstand zu nutze, indem man durch kleine Zusätze einer verdünnten Lösung des Fällungsmittels unter vorsichtigem Rühren absichtlich eine übersättigte Lösung herstellt und in dieser Kryställchen der gewünschten Verbindung aussät. Ist durch Berührung des Glases vorzeitig Krystallisation eingeleitet, so lasse man die Lösung auf einen anderen Objektträger ablaufen, verreibe die Krystalle mit der noch am Glase haftenden Lösung und benutze die milchige Flüssigkeit zur Aussaat.

38. Kohlensäure als verzögerndes Mittel.

Schwerlösliche Verbindungen, die augenblicklich als winzige Krystalle oder in Pulverform gefällt werden, versucht man durch verzögernde Mittel, und wenn dies nicht gelingt, durch Anwendung des Diffusionsverfahrens zur Krystallisation zu bringen. Unter den verzögernden Mitteln für Fällungen bei gewöhnlicher Temperatur stehen Kohlensäure und Ammoniak obenan. Aus Lösungen von Calciumsalzen fällt Natriumkarbonat einen pulverigen Niederschlag. Läfst man denselben eine Stunde lang unter Bedeckung stehen, so findet man sehr kleine Rhomboëder (6—8 μ), zum Teil durch Aggregation mifsbildet, unveränderten Staub und Knöllchen,

von denen schwer zu sagen ist, ob sie amorphe oder kryptokrystallinische Aggregate sind. Wird Natriumbikarbonat als Fällungsmittel angewendet, so entsteht zunächst kein Niederschlag. Nach einigen Minuten bildet sich an der Oberfläche ein Häutchen von sehr kleinen Krystallen, die zum Teil zu Boden fallen und unter Bedeckung bis 25 μ wachsen. Noch sicherer und auch schneller spielt sich der Vorgang mit Ammoniumkarbonat (karbaminsaurem Ammoniak) als Fällungsmittel ab. Das Entstehen schwimmender Kryställchen kann durch flüchtiges Erwärmen bis zur Entwickelung einzelner Gasbläschen und schnelles Abkühlen unter Bedeckung umgangen werden. Nachher wird ein Papierstreifen unter das Deckschälchen geschoben, um das Entweichen von Kohlensäure zu erleichtern. Es entstehen ausschliefslich scharf ausgebildete Rhomboëder, die bis zu 60 μ wachsen können. Derselbe Unterschied in der Wirkung von Natriumkarbonat und von Natriumbikarbonat zeigt sich bei der Fällung von Cinchonin, Strychnin, Codeïn und Morphin. Eine eigentümliche Doppelrolle kommt der Kohlensäure bei der Darstellung von Ammoniumdoppelphosphaten und Doppelarseniaten zu, wenn dabei Ammoniumkarbonat an Stelle von Ammoniak benutzt wird. Sie verzögert hier nicht allein die Bildung der Doppelsalze sondern auch die Bildung höherer Oxyde von Mangan und Kobalt. Um sich den eigentümlichen Hergang zu veranschaulichen, bringe man Kobalt- oder Nickelacetat in einem Wassertropfen mit einem Übermafs von Ammoniumkarbonat zusammen und stecke ein Stückchen Natriumphosphat in die dünnbreiige Masse. Sofort erfolgt Gasentwickelung, nach einigen Sekunden auch Verflüssigung, nicht anders, als ob eine Säure zugesetzt wäre. Unter dem Mikroskop kann man verfolgen, wie die Klumpen von Karbonat zusehends verschwinden, indessen grofse Krystalle des Doppelphosphats ihre Stelle einnehmen. —

39. Verzögerung durch Ammoniak.

Ammoniak kommt zur Anwendung bei der Darstellung von Natrium-Zinkkarbonat, von krystallisiertem Yttriumoxalat und bei der Fällung mehrerer Alkaloïde (Chinidin, Strychnin, Morphin). Die Wirkung des Ammoniaks ist nicht so einfacher Art, wie die der Kohlensäure. Zinkkarbonat wird von Ammoniak gelöst und das Doppelkarbonat krystallisiert in dem Mafse wie das Ammoniak abdunstet. Yttriumoxalat, Chinidin, Strychnin sind so wenig löslich in Ammoniak, dafs eine andere Erklärung des Vorganges gesucht

werden mufs. Wahrscheinlich liegt ihm gröfsere Löslichkeit der amorphen Substanzen zu Grunde[1]), wie bei den Umwandlungen anderer amorpher Niederschläge, von denen weiter unten ausführlicher gehandelt werden soll. — Andere verzögernde Mittel, wie Essigsäure (für Kadmiumoxalat, für Strontiumchromat), Salpetersäure (für Strontium- und Calciumoxalat) kommen selten in Anwendung und erfordern umsichtige Behandlung.

40. Verzögerung durch Diffusion.

Ebenso wird man nur im Notfall zu Diffusion zwischen zwei oder drei Tropfen greifen. Arbeitet man mit dreien, so werden die Substanzen, welche aufeinander einwirken sollen, auf die beiden äufseren verteilt und diese mit dem mittleren, in welchem die Reaktion vor sich gehen soll, durch schmale Wasserstreifen oder durch benetzte Fäden verbunden. Die Vorrichtung mufs mit einer angefeuchteten Schale bedeckt werden, damit die Verbindungskanäle nicht austrocknen, was sonst bei der langen Dauer des Versuchs, der bei langen und schmalen Verbindungen sich über mehr als 24 Stunden ausdehnen kann, leicht geschehen könnte. Wird schnellere Diffusion gewünscht, so können mehrere Wassertropfen zu einem Streifen von gleichförmiger Breite und drei bis vier Centimeter Länge verbunden werden, auf dessen Enden die Substanzen verteilt werden. Es bleibt hier noch beträchtlicher Spielraum durch Vergröfserung der Länge und durch Verminderung der Breite und Tiefe des Flüssigkeitsstreifens. In dieser Anordnung kann die Diffusion bei sehr feinkrystallinischen Niederschlägen (Cäsiumchloroplatinat, Thallojodid, Calciumoxalat) und bei solchen, die leicht amorph ausfallen (Jodverbindungen der Alkaloïde) gute Dienste leisten. Für Herapathit und verwandte Verbindungen übertrifft sie an Zuverlässigkeit alle anderen Verfahren. Man achte darauf, dafs die Objektträger horizontal liegen müssen und nicht starken Erschütterungen ausgesetzt sein dürfen. An welcher Stelle des Flüssigkeitsstreifens das Reaktionsprodukt zum Absatz kommen wird, ist meistens ungewifs; im allgemeinen läfst sich nur sagen, dafs die Strömung vorwiegend von der stärkeren zur schwächeren Lösung geht, uud ferner noch, dafs sie durch Alkalisalze und durch

[1]) Dafs amorphes Morphin sich in Ammoniak weit schneller und in gröfserer Menge löst als krystallisiertes, läfst sich unter dem Mikroskop leicht feststellen.

Säuren beträchtlich verstärkt wird. In Fällen, wo daran gelegen ist, den Absatz in der Mitte des Objektträgers zu haben, wird man immer gut thun, sich durch einen Vorversuch zu orientieren. Die Sache gestaltet sich einfacher, wenn man mit schwerlöslichen oder in Wasser unlöslichen Substanzen zu thun hat. Man kann alsdann aus der schnellen Diffussion von Säuren Vorteil ziehen. Die Substanz kommt in einen Tropfen Wasser, an den Rand ein Gemisch von Lösungs- und Fällungsmittel, das mit dem Wassertropfen vereinigt wird. Die Fällung findet in der Umgebung der Substanz statt. Viele Sublimate können dieser Behandlung unterworfen werden, Sublimate von Antimonoxyd mit einer Lösung von Natriumjodid und Cäsiumchlorid in Salzsäure, Sublimate von Theobromin mit einer Lösung von Silbernitrat in verdünnter Salpetersäure, Sublimate von Akridin mit einer Lösung von Merkurichlorid in Salzsäure.

41. Krystallisieren amorpher Niederschläge.

Viele Verbindungen können nur aus sehr verdünnten Lösungen als Krystalle abgeschieden werden, aus einigermafsen konzentrierten Lösungen erfolgen amorphe Niederschläge, die durch geeignete Behandlung zum Krystallisieren gebracht werden können. Von anorganischen Verbindungen gehören hierher: Thallo-Thoriumkarbonat, Kalium-Zirkoniumoxalat und Kalium-Wismutoxalat. Viel häufiger kommt die Umwandlung amorpher Niederschläge zu Krystallen an organischen Verbindungen vor, und unter diesen sind mehrere, die sehr deutlich erkennen lassen, was diesen Umwandlungen zu Grunde liegt. Setzt man einer Lösung von Cinchonin in überschüssiger verdünnter Salzsäure Kaliumferrocyanid zu, so erfolgt ein pulveriger blafsgelber Niederschlag, welcher mit Übermafs des Fällungsmittels krystallisationsfähig ist, aber aus stark verdünnten Lösungen abgeschieden, so lange unverändert bleiben kann, dafs man zum Aussäen greifen mufs. In Niederschlägen aus konzentrierteren Lösungen erfolgt die Umwandlung ohne Zuthun. Sie beginnt mit dem Auftreten dunkler Punkte, die schnell zu gelben Kryställchen mit doppelter Umrandung heranwachsen, die innere Umrandung dunkel, die äufsere licht. Die äufsere Umrandung dehnt sich mit dem Wachsen des Krystalls aus, nach einigen Minuten ist ein klarer Ring oder Hof um denselben entstanden. Wird der äufsere Rand eines solchen Hofes unter starker Vergröfserung eingestellt, so gewinnt man die Überzeugung, dafs die Körner des amorphen Niederschlages ohne Orts-

veränderung verschwinden. Sie werden also aufgelöst, während die Krystalle wachsen, mit anderen Worten die amorphe Substanz mufs löslicher sein als die krystallisierte. Ob beide gleichen Gehalt an Wasser und an Kaliumferrocyanid haben, ist nicht ausgemacht. Wahrnehmungen derselben Art können an Chinidinjodhydrat (Heft III, 50, c) gemacht werden. Aus neutral reagierenden Lösungen von Chinidinchlorhydrat wird durch Kalium- oder Natriumjodid das normale Jodhydrat in Gestalt von Tröpfchen gefällt, welche die Flüssigkeit milchig machen. Der weitere Verlauf ist derselbe wie bei der soeben besprochenen Cinchoninverbindung.[1]) Tropfenförmigen Niederschlägen begegnet man unter Jodhydraten, Chloroplatinaten, Jodoplatinaten und Chloromerkuraten organischer Basen gar nicht selten. Zwischen ihnen und den weiter oben besprochenen Tröpfchen von Schwefel und Acetanilid zeigt sich ein bedeutsamer Unterschied in ihrem Verhalten zu Krystallen derselben Substanz. Durch Berührung mit denselben werden sie nicht zum Erstarren gebracht. Wohl zeigt sich eine auffallend starke Adhäsion, der Tropfen breitet sich auf dem berührenden Krystall aus, wie Quecksilber auf blankem Zinn, dabei verschwindet er, als ob er verdampfte und kurz darnach zeigt sich starkes Wachstum an den nächstliegenden Krystallen.

42. Beschleunigende Mittel.

Aus alledem folgt, dafs die Umwandlung amorpher Niederschläge ohne Nachhilfe vor sich gehen kann, weiter folgt aber auch, dafs sie beschleunigt werden kann durch alle Mittel, welche die Auflösung der amorphen Substanz befördern, ohne in gleichem Mafse die Krystalle anzugreifen.

Alkohol, in kleinen Tropfen und mit Zwischenzeiten von etwa einer Minute zugesetzt, hat nicht selten die gewünschte Wirkung (u. a. bei Narkotin, Papaverin, Morphintrijodid), ist aber bedenklich, wenn es sich um flüssige Niederschläge handelt, deren Tröpfchen er durch starke Strömungen und vermehrte Beweglichkeit zum Zusammenfliefsen bringt.

---

[1]) Löst man die ausgewaschenen Krystalle des Chinidinjodhydrats in heifsem Wasser, so können aus stark verdünnten Lösungen Krystalle entstehen, konzentriertere durchlaufen bei dem Erkalten wieder das Stadium der Tropfenbildung. Ob hierbei Änderung des Wassergehalts oder Hydrolyse ins Spiel kommt, konnte bis jetzt nicht ausgemacht werden.

Ammoniak leistet gute Dienste für mehrere organische Basen (Morphin, Strychnin), für salzähnliche Verbindungen und für Säuren ist seine Anwendung ausgeschlossen.

Gelindes Erwärmen führt bisweilen Krystallisation herbei (Silber-Anthranilat, Papaverin-Chloromerkurat), häufiger sieht man den Niederschlag in Lösung gehen und unverändert wieder ausfallen. Starkes Erhitzen ist unstatthaft, weil dabei Gefahr von Schmelzung besteht (Chinidin, Atropin, viele Jodverbindungen organischer Basen), welche die Präparate unrettbar verderben würde.

Aussäen mikroskopischer Krystalle ist frei von Einwürfen und führt am sichersten zum Ziel. Leider ist es nicht immer leicht, sich die nötigen Saatkrystalle zu verschaffen. Man versuche Eintrocknen kleiner Tropfen mit und ohne Alkohol. Bisweilen gelingt es, durch Verreiben eingetrockneter Tropfen mit Wasser Krystallisation herbeizuführen. Am schnellsten und sichersten kommt man durch Fällen einer konzentrierten reinen Lösung zum Ziel. Reiben mit einem Glasstäbchen ist nützlich, um vorwiegend sehr kleine Krystalle zu erhalten, die geraume Zeit schweben und sich in dem Niederschlage zerstreuen können. Das Aussäen geschieht durch Impfen mit einem Platindraht. Nach kurzer Zeit sieht man die Krystallisation sich um die angestochenen Stellen in der oben (41) beschriebenen Weise ausbreiten.

B. Fällungen aus heifser Lösung.

43. Wasserabspaltung durch Erwärmen.

Durch blofses Erhitzen kalt gesättigter Lösungen können Thoriumsulfat und die Sulfate der Ceritmetalle unter Wasserabspaltung zur Abscheidung gebracht werden. Die Schwierigkeit liegt hier darin, dafs bis zum Siedepunkt erhitzt und sobald die Krystallbildung beendet ist, die Mutterlauge entfernt werden mufs, da sonst die Krystalle wieder in Lösung gehen würden. Man hält die Präparate während des Erhitzens mit heifsen Uhrgläschen bedeckt, kühlt möglichst schnell auf einer nassen Eisenplatte ab und geht unverweilt an das Abziehen und Absaugen der Mutterlauge. — Lösungen von Sulfaten der Ceritmetalle, die mit Kalium- oder Natriumsulfat versetzt sind, können bei Zimmertemperatur längere Zeit klar bleiben, sie werden bei Temperaturen zwischen 30° und 40° milchig und die einmal eingeleitete Fällung der Doppelsulfate schreitet dann bei Zimmertemperatur

fort. Wahrscheinlich handelt es sich auch hier um Abspaltung von Wasser. Will man grofse Krystalle haben, so ist es besser, mit der milchigen Flüssigkeit klar gebliebene Tropfen zu impfen und diese dann mehrere Stunden bedeckt stehen zu lassen. In derselben Weise giebt gelindes Erwärmen den Anstofs zu Wasserabspaltung und zur Bildung schwerlöslicher Kondensationsprodukte aus Aldehyden und Karbamid oder Urethan, unter Mitwirkung von Salzsäure. Dagegen ist Siedhitze, bei verdünnten Lösungen selbst mehrmaliges Aufkochen erforderlich um die Kondensation von Opiansäure und von Glyoxylsäure mit Karbamid und Urethan und Dehydrierung und Kondensation von Vanillin durch Ferrichlorid einzuleiten. Alle die letztgenannten Lösungen sind nach dem Erkalten übersättigt; man lasse sie eine halbe Stunde bedeckt stehen.

Anderer Art ist die Fällung der Jodoplatinate vieler organischer Basen durch Erwärmen übersättigter Lösungen. Lösungen von Pyridin, Chinolin und ihren Homologen, die so verdünnt sind, dafs Natriumjodid und Platinichlorid darin keinen Niederschlag hervorbringen, werden durch Erwärmen nach dem Zusatz dieser Reagentien in auffallender Weise verändert. Von der erhitzten Stelle breitet sich starke Rötung über den Tropfen aus, die bei dem Erkalten nicht wieder verschwindet. Durch Erwärmen scheint die Umsetzung des Chlorhydrats zu Jodoplatinat aufserordentlich beschleunigt zu werden. Wird jetzt rasch abgekühlt, so kann die Flüssigkeit geraume Zeit im Zustande der Übersättigung verharren, wird dagegen das Erwärmen fortgesetzt, so entsteht am Rande ein feinflockiger, schwärzlicher Niederschlag, der sich nach der Mitte hin ausbreitet. Nach dem Erkalten können Krystalle entstehen, die in früher beschriebener Weise (41) den Niederschlag aufzehren. Sehr gut sieht man diesen Vorgang an den Jodoplatinaten von Piperidin, Kaffeïn und Betaïn. Präparate dieser Art werden am besten bis zum Auftreten eines schwärzlichen Randsaumes erwärmt, dann rasch abgekühlt und bedeckt zur Seite gesetzt. Das Auswaschen mufs mit Sorgfalt ausgeführt werden, da sonst diffuse Färbungen im Einschlufsmittel auftreten können.

44. Wärme als verzögerndes Mittel.

Sehr oft dient Erwärmen als verzögerndes Mittel, bald nach, bald vor dem Zusatz von Fällungsmitteln. Die Chloroplatinate von Cinchonidin und von Cupreïn fallen in der Regel an der Einsatzstelle

des Fällungsmittels feinkrystallinisch und unansehnlich aus. Macht man einen mehr als ausreichenden Zusatz von Platinichlorid in der Mitte des Tropfens und erwärmt diese Stelle, sobald sich ein Niederschlag zeigt, bis derselbe zum gröfsten Teil wieder in Lösung gegangen ist, so erfolgt unter dem Erkalten sehr schöne gleichmäfsige Krystallisation. Ebenso geht man mit den Chloromerkuraten von Chinolin, Akridin, Papaverin, mit den Kupfersalzen der Glykolsäure und Cinchoninsäure, mit Thallo-Zink-Orthophtalat, Blei-Cupri-Malonat, Thallo-Cupri-Mellat zu Werke.

45. Anwendung von Alkohol und Erwärmung.

Befürchtet man in Präparaten von ziemlich leicht löslichen Verbindungen, die aufserdem geneigt sind, übersättigte Lösungen zu bilden, Überladung mit Krystallen, so tritt der besondere Fall ein, dafs nacheinander Alkohol als beschleunigendes und Erwärmung als verzögerndes Mittel herangezogen werden. Als hierher gehörende Substanzen können genannt werden: Glykokoll, Glykokollkupfer, Kaliumbitartrat. Man setzt Alkohol in kleinen Anteilen zu, bis zu beginnender Krystallbildung, bedeckt und erwärmt bis die Trübung zum grössten Teil verschwunden ist.

Lösungen, welche tropfenförmige oder leicht schmelzbare Niederschläge liefern (Chinin, Chinidin, verunreinigte Lösungen von Morphin, viele Chloromerkurate) dürfen nicht bei Siedhitze gefällt werden, und auch bei Erwärmen nach der Fällung ist Vorsicht in acht zu nehmen, da in höherer Temperatur leicht gröfsere Tropfen entstehen, zumal längs dem Rande, deren Umwandlung zu brauchbaren Krystallen viel Zeit und Arbeit kostet.

46. Verzögerung durch Wärme und Säuren.

Um von sehr schwer löslichen feinkrystallinischen Niederschlägen gut ausgebildete Krystalle zu gewinnen, kann man versuchen, die verzögernde Wirkung von Erwärmung durch Zusatz von Säuren zu verstärken. Für Bariumchromat genügt zwanzigprozentige Essigsäure, für Zinkoxalat ist der Zusatz von Essigsäure zweimal so grofs zu nehmen. Für Bleijodid, Cäsiumjodostibit, Cäsiumjodobismutit, Benzidinsulfat reicht man mit verdünnter Salzsäure aus. Bleisulfat und Thallojodid erfordern rauchende Salzsäure mit ihrem halben Volumen Wasser. Strontiumsulfat wird aus rauchender Salzsäure gefällt, Bleichromat und die Oxalate der Ceritmetalle aus Salpetersäure von 1.3 sp. G. Als Beispiel diene die Darstellung von krystallisiertem

Bleichromat. Bleiacetat wird in Wasser gelöst, die Lösung, mit dem halben Volumen Salpetersäure von 1.5 sp. G. angesäuert, auf 80° erwärmt und bis zu leichter Trübung mit Ammoniumbichromat versetzt. Die Trübung bringt man durch weiteres Erwärmen und nötigenfalls durch einen kleinen Zusatz von konzentrierter Salpetersäure zum Verschwinden und läfst erkalten. Bei Versuchen dieser Art kommen vier Faktoren ins Spiel, von denen keiner während der Dauer des Versuches unverändert bleibt: das Krystallisationsbestreben des schwerlöslichen Reaktionsprodukts, in erster Reihe bedingt durch die Quantität der angewendeten Substanz, diesem gegenüber die zersetzende Wirkung der Säure, gesteigert durch Erwärmung, vermindert durch die Gegenwirkung der aus dem Reaktionsprodukt sowie aus überschüssigem Fällungsmittel freigemachten Chromsäure oder Schwefelsäure und durch Abdunsten. Ohne einige Vorversuche wird man hier schwerlich zum Ziel kommen.

Das soeben beschriebene Verfahren findet auch für die Darstellung einiger sauren Salze Anwendung, z. B. für Darstellung von Benzidinbichromat und der Doppelverbindungen von Benzidinbichromat und von Benzidinchromat mit Merkurichlorid mit Hilfe von verdünnter Salzsäure, von Thallobichromat mit Hilfe von verdünnter Salpetersäure, von Calciumhydrophosphat mit Hilfe von verdünnter Essigsäure. —

VI. Auswaschen und Trocknen der Niederschläge.

Die Schwierigkeiten, denen man bei dem Auswaschen von Niederschlägen begegnet, sind durch verschiedene Umstände bedingt, durch das Verhalten der Niederschläge zum Glase und zu der Oberfläche der Flüssigkeit, durch ihr specifisches Gewicht, die Gröfse und Form ihrer Krystalle, die Löslichkeit, endlich durch die Beschaffenheit (specifisches Gewicht, Dickflüssigkeit) der Mutterlauge.

47. Haftende Krystalle.

Haften die Kryställchen eines Niederschlages am Glase (Ammoniumdoppelphosphate, Kalium-Kobaltnitrit, Natrium-Zinkkarbonat), so verschwinden alle Schwierigkeiten, selbst wenn der Niederschlag

sehr feinkrystallinisch und durch amorphe Beimengungen verunreinigt ist. Man kann solche Präparate unbedenklich durch Eintauchen in Wasser auswaschen, ja sogar unter einem dünnen Wasserstrahl, wenn nur dafür gesorgt wird, dafs derselbe nicht geradezu den Niederschlag trifft.

48. Schwimmende Krystalle.

Das Gegenteil sind Präparate mit schwimmenden Kryställchen (Ammonium- und Kaliumchloroplatinat aus heifsen Lösungen, oder durch Alkohol gefällt; Kaliumphosphomolybdat aus heifsen Lösungen; Silberchlorid aus stark ammoniakalischer Lösung; Tribromphenol). Weifs man im voraus, dafs man dem Schwimmen der Krystalle nicht wird vorbeugen können, so mufs die Fällung in einem möglichst grofsen flachen Tropfen ausgeführt werden. Der Objektträger wird nachher in eine geneigte Lage gebracht (etwa 10°), von dem Tropfen nach aufwärts wird ein breiter Abzugskanal gezogen und nun langsam die Neigung umgekehrt. Hiermit wird bezweckt, den gröfsten Teil der Mutterlauge unter den Krystallen wegsickern zu lassen, die sich, wenn alles nach Wunsch gelingt, als zusammenhängendes Häutchen dem feuchten Glase anlegen. Wollte man das Häutchen trocknen lassen, so würde nachher, bei dem Auswaschen, alles weggeschwemmt werden. Auch dürfen keine grofsen Tropfen zum Auswaschen benutzt werden, um möglichst wenig Gelegenheit zum Schwimmen und zu Ausbreitung nach rückwärts zu geben. Mehrere Tröpfchen werden an verschiedenen Stellen des Randes, gegenüber dem Abzugskanal gebracht, dann wird das Präparat so weit geneigt, dafs das Wasser langsam durchsickert. Nach drei- bis viermaliger Wiederholung dieser Prozedur wird es zu vollständigem Abtropfen und Trocknen vertikal gestellt.

49. Schwere Krystalle und Dendriten.

Schwere Krystalle (Kaliumchloroplatinat, Merkurijodid), die von der Mutterlauge bedeckt sind, machen wenig Schwierigkeit, noch weniger schwere Dendriten und Krystallskelette (Stannooxalat), es sei denn durch Löslichkeit, wovon weiter unten. Meistens kann man mit ziemlich grofsen Tropfen auswaschen und hat nur darauf zu achten, dieselben, wie auch den Abzugskanal längs dem Rande auszuziehen, damit das Auswaschen nicht auf die Mittellinie des Tropfens beschränkt bleibe. Handelt es sich um fein gegliederte, zerbrechliche Gebilde (Manganooxalat, Palladoammoniumjodid), so ist Vorsicht anzuwenden, in ähnlicher Weise wie für schwimmende Krystalle.

50. Dünne Blättchen.

Sehr unangenehm sind dünne Blättchen und Stäbchen von kleinem specifischen Gewicht, auch wenn sie nicht schwimmen (Benzidin, Benzidinsulfat, Leucin, Tyrosin, die Naphtole). Hier ist alles zu vermeiden, was lebhafte Strömungen veranlassen könnte. Jede Bewegung des Präparats, bei dem Aufheben und Neigen desselben, muſs langsam und stetig ausgeführt werden, da schon geringe Schwankungen die Kryställchen in Bewegung bringen. Das Neigen wird hier am sichersten durch Unterschieben eines Keils bewirkt. Der Abzugskanal muſs schmal angelegt und bei dem Ausweiten seines Endes, sowie dem Umkehren der Neigung des Objektträgers darf keine Übereilung vorkommen, so lange die Dicke der Flüssigkeitschicht nicht unter 0,5 mm heruntergebracht ist. Von da ab nimmt die Beweglichkeit der festen Teilchen zusehends ab. Liegen die Kryställchen ziemlich gedrängt, so ist es vorteilhaft die anhängende Mutterlauge zum groſsen Teil mittelst Saugkarton zu entfernen. Zum Auswaschen nimmt man ziemlich groſse Tropfen, die auf den ziemlich stark (20°) geneigten Objektträger unterhalb des Krystallhäufchens, etwa 5 mm von dessen Rande entfernt, aufgesetzt, längs dem Rande ausgezogen und an mehreren Stellen mit demselben verbunden werden. Wenn der dritte Tropfen zur gröſseren Hälfte durchgesickert ist, wird auch der Abzugskanal längs dem Rande des Präparats verbreitert, damit hier nicht Mutterlauge gestaut bleibe, die sich während des Trocknens zwischen den Krystallen ausbreiten könnte. Hat das Präparat eine dicke Randkruste, so ist doppelt so viel Mühe an das Auswaschen derselben zu wenden. Wenn es irgend geht, beseitigt man die Kruste mit der Präpariernadel, zumal an den Langseiten des Objektträgers.

51. Schwere, dickflüssige Mutterlaugen.

Die Schwierigkeiten wachsen, wenn die Mutterlauge dickflüssig ist und ein hohes specifisches Gewicht hat. Die Tropfen müssen groſs und flach sein, da an kleinen, stark gewölbten Tropfen schon das Anbringen eines Abzugskanals kaum ohne ernstliche Beschädigung der Präparate auszuführen ist. Es wird ein breiter Abzugskanal angelegt, dann wird versucht, ob sich in horizontaler oder wenig geneigter Lage Mutterlauge darin ansammelt. Gelingt dies, so zieht man davon so viel wie möglich ab, andernfalls geht man sogleich zur Anwendung dampfförmiger Verdünnungsmittel über, wie sie bei der Krystallisation von Phenanthrenchinon aus konzentrierter Schwefel-

säure beschrieben ist (31). Die letzten Anteile der stark verdünnten Mutterlauge kann man mit Hilfe von Alkoholdampf (Herumführen eines an einem Glasstabe haftenden Tropfens Alkohol) auszutreiben versuchen. Das beschriebene Verfahren findet auch Anwendung auf den Fall, daſs die Mutterlauge Substanzen enthält, die bei dem Auswaschen gewaltsame Diffusionsströmungen verursachen würden (Essigsäure, Alkohol).

52. Lösliche Niederschläge.

Löslichkeit der krystallisierten Reaktionsprodukte schafft Schwierigkeiten besonderer Art, deren man oft nur auf Umwegen und nicht immer in dem gewünschten Maſse Herr werden kann. Wenn es statthaft ist, teilt man die Aufgabe, indem man nach schnellem Auswaschen zum Umkrystallisieren greift. Man hat nun unbeschädigte Krystalle und das letzte Auswaschen ist um so viel erleichtert und abgekürzt, daſs es ohne viel Mühe und Schädigung des Präparats ausgeführt werden kann. Nicht selten reicht man mit sorgfältigem Abziehen und Absaugen der Mutterlauge aus, zumal wenn dazwischen Alkohol- oder Essigsäuredämpfe[1]) benutzt werden konnten, um den Rest von Mutterlauge zwischen den Krystallen und dem Glase auszutreiben. Leider bleibt eine beträchtliche Anzahl Fälle, wo dieser Ausweg versperrt ist. Von Cäsiumalaun, von Natrium-Uranylacetat, von Natrium-Magnesium-Uranylacetat erhält man durch Fällung aus mäſsig verdünnten Lösungen ungleich schönere Krystalle als durch Umkrystallisieren; andere Verbindungen, wie Thallo-Uranylkarbonat, Kalium-Cupri-Bleinitrit, erleiden bei dem Umkrystallisieren teilweise Zersetzung; sehr viele, wie Zink-Merkurisulfocyanat, Kobalto-Merkurisulfocyanat, Ceroformiat, Salicylsäure, Isophtalsäure, viele Chloroplatinate organischer Basen zeigen nur in Fällungspräparaten die charakteristischen Formen, unter denen sie dem Analytiker bekannt sind. Es scheint ein einfaches Auskunftsmittel, dem Waschwasser nach Bedarf Alkohol und nötigenfalls auch Äther zuzusetzen. So einfach und in so weitem Umfang anwendbar, wie man im ersten Augenblick glauben möchte, ist dies Mittel nicht. Es kann gute Dienste leisten für Verbindungen von der Art des Cäsiumalauns, des

[1]) Auch Äther ist zu demselben Zweck brauchbar. Man denke daran, daſs die Dämpfe lösende Wirkung auf die Krystalle haben und diese unansehnlich machen können.

Natrium-Uranylacetats, für die Mehrzahl der Chloroplatinate, dagegen versagt es bei anderen, wie bei Salicylsäure, bei den meisten Chloro- und Bromoauraten. Bei der Anwendung machen sich alsbald zwei Schwierigkeiten bemerklich. Ist der Alkoholgehalt ziemlich hoch, so treten starke Strömungen auf, welche die Gleichmäfsigkeit des Auswaschens stören und die Krystalle aus ihrer Lage bringen können. Um diesem Übelstand zu begegnen, steigere man den Alkoholgehalt stufenweise, mische auf einem anderen Objektträger bis zum Verschwinden der Schlieren, trage so viel von der Mischung auf, dafs sie fast die ganze Breite des Objektträgers einnimmt und lasse die Flüssigkeit langsam und stetig vorrücken, um mit Verdrängung an Stelle von Mischung zu arbeiten. Dies ist in der Regel recht wohl auszuführen, wenn man sich einige Übung erworben hat, da alkoholarme Flüssigkeiten vor alkoholreicheren zurückweichen. Sodann wird man bei Cäsiumalaun und bei Natrium-Uranylacetat die Erfahrung machen, dafs zwischen den Krystallen, die man reinigen wollte, verschiedenartige kleinere Krystalle niedergeschlagen werden. Es ist durchaus nicht leicht, eine Mischung herzustellen, welche die vorhandenen Krystalle nicht angreift und keine Krystalle aus der Mutterlauge abscheidet. Am besten kommt man mit solchen empfindlichen Präparaten zum Ziel, indem man zunächst noch einen Teil der anhängenden Mutterlauge durch Wasser fortschafft. Man läfst sie in einer mit Wasserdampf übersättigten Atmosphäre abtropfen. In einfachster und für die meisten Präparate ausreichender Weise ist dies durch mehrmaliges Anhauchen mit Zwischenpausen von etwa einer Minute zu erreichen. Der dünne Beschlag von Wasser läuft von den vertikal gehaltenen Präparaten ab und nimmt die anhängende Mutterlauge mit. Die letzten Wassertröpfchen nimmt man mit Saugkarton weg und wäscht noch einmal mit dreissig- bis fünfzigprozentigem Alkohol. Was jetzt noch an Kryställchen niedergeschlagen wird, fällt so spärlich und klein aus, dafs es fast spurlos von der ablaufenden Waschflüssigkeit weggeführt wird. Die anhängende Waschflüssigkeit treibt man durch Alkoholdampf aus. Sind die Krystalle sehr beweglich, so ist man genötigt, auf das Waschen mit verdünntem Alkohol zu verzichten, ebenso bei Niederschlägen, die von Alkohol stärker als von Wasser angegriffen werden, wie z. B. Merkurijodid. Zum Austreiben des letzten Waschwassers benutzt man bei den letztgenannten Verbindungen Äther- oder Essigsäuredampf.

53. Trocknen.

Das Trocknen der ausgewaschenen Präparate geschieht in der Regel bei Zimmertemperatur, in vertikaler Stellung. Noch besser ist es, die Objekträger in nahezu vertikaler Stellung gegen eine vertikal stehende Platte von Holz oder Glas zu lehnen, so dafs die Präparate dieser zugekehrt und vor Staub geschützt sind. Vorher wird jedem Objektträger ein Stückchen gummiertes Papier mit einem kurzen Vermerk über das Präparat aufgeklebt, das später durch Etikette und Nummer ersetzt wird. — Nur in solchen Fällen, wo es nicht möglich gewesen ist, eine hygroskopische Mutterlauge völlig zu beseitigen, wird Trocknen bei höherer Temperatur angewendet, die Präparate müssen dann nach Beendigung des Trocknens, noch warm, mit Styrol- oder Dammarlösung gefirnifst werden.

VII. Einschliefsen der Präparate.

An gewaschenen und getrockneten Präparaten sind noch folgende Arbeiten auszuführen, bevor sie einer Sammlung eingereiht werden können: 1. Säubern von Fremdkörpern und Mifsbildungen; 2. Vorbereitung des Verschlusses; 3. Auflegen des Deckglases; 4. Endgültiges Putzen; 5. Etikettieren.

54. Säubern der Präparate.

Zunächst werden die getrockneten Präparate der Reihe nach einer Musterung unter 60—80facher Vergröfserung unterzogen. Dabei werden drei Abteilungen gemacht: a) tadellose, zum Anlegen des Verschlusses fertige Präparate; b) brauchbare Präparate, die jedoch durch Verunreinigung mit Fremdkörpern oder durch Mifsbildungen verunstaltet sind und deshalb einer Säuberung bedürfen; c) Ausschufs, wegen grober Fehler (Wegschwemmung, Zerbröckelung, bei dem Trocknen entstandene Ringe und Flecken) zum Abwaschen beiseite gelegt.

Das Säubern wird bei 20—30facher Vergröfserung vorgenommen. Je nach Gewöhnung wird man sich dabei des Beobachtungsmikroskops oder eines Präpariermikroskops bedienen. Dem Präpariermikroskop gebe man ein Triplet mittlerer Stärke (etwa 20 mm Objektabstand)

und benutze die Rückseite des Spiegels, die man mit weissem Papier bedeckt. Die Beleuchtung ist sonst zu grell und zu ungleichmäfsig. Hat man sich an die Umkehrung der Bewegungen gewöhnt, so bietet das zusammengesetzte Mikroskop durch gleichmäfsigere Beleuchtung, gröfseren Objektabstand und bequemere Haltung des Kopfes beträchtliche Vorteile. Festklemmen der Präparate ist unnötig, und wenn man Musterung und Säuberung nicht getrennt hält, unzweckmäfsig. Als Werkzeug dienen langgespitzte Nähnadeln mittlerer Stärke, die in Nadelhalter geklemmt werden. Nachdem ihre Spitze in die weiter oben (4) besprochene Glycerinmischung getaucht ist, wird die Nadel in nahezu horizontaler Haltung unter das Mikroskop gebracht und dann ihre Spitze gesenkt, bis sie mit dem aufzunehmenden Gegenstand in Berührung kommt. Je gröfser die Gegenstände sind, desto flacher mufs die Nadel gehalten werden, um die Berührungsfläche gröfser zu machen. Anfängern fällt es schwer, die Entfernung der Nadelspitze von den Gegenständen zu schätzen. Dies ist, wegen geringerer Fokustiefe, leichter wenn man mit dem zusammengesetzten Mikroskop arbeitet. Man macht mit der Nadel kleine Bewegungen nach beiden Seiten. Sie ist im Gesichtsfeld, wenn ein verwaschener Schattenstreif dasselbe durchschneidet. Man zieht nun die Nadel ein wenig zurück; dabei wird der Schatten schmäler und schärfer begrenzt, er bricht ab, wenn die Spitze in das Gesichtsfeld kommt. Die Nadel wird weiter zurückgezogen, bis das Ende des Schattens sich über dem ins Auge gefafsten Gegenstand befindet, alsdann beginnt das Senken der Spitze. In dem Augenblick, wo man dieselbe scharf begrenzt sieht, ist sie auf dem Punkt, das Ziel zu berühren. Längere Faserstückchen und gröfsere Krystallaggregate sind bisweilen so fest mit dem Objektträger verklebt, dafs sie der Nadel nicht folgen, sie müssen mit der Nadelspitze gelöst und danach mit der flach gehaltenen, nötigenfalls aufs neue angefeuchteten Nadel aufgenommen werden. Krusten, die durch ihre Dicke unter dem Deckglase hinderlich werden könnten, werden mit einer trockenen Nadel zerstört und die Stücke aus dem Gesichtsfeld entfernt. Was man mit der feuchten Nadel aufgenommen hat, wird gehoben bis die Nadelspitze undeutlich geworden ist, dann wird die Nadel durch eine seitliche Bewegung aus dem Bereich des Objektivs gebracht und an einem gefalteten Läppchen, das man in der linken Hand hält, abgewischt.

Sind die brauchbaren Objekte in der Minderzahl, (z. B. in Krystallisationen von Gips, die durch teilweises Abdampfen von gipshaltigem Wasser entstanden sind), so geht das Säubern in Auslesen über. Hierbei wird ein zur Aufnahme der tadellosen Objekte bestimmter Objektträger in der Höhe des Objekttisches neben demselben angebracht. Auf dieses kommt ein Tropfen einer Flüssigkeit, in welcher der Klebstoff löslich ist. Meistens dient hierfür Wasser; für Objekte, die durch Wasser angegriffen werden, nimmt man Benzen oder Toluen und benutzt dickflüssiges oder mit Kanadabalsam verdicktes Terpentinöl als Klebmittel. Die aufgenommenen Objekte trennen sich von der Nadel, sobald sie in das Lösungsmittel gelangen. Die Nadel wird ohne Abwischen in das Klebmittel getaucht und das Auslesen fortgesetzt. — Will man ausgelesene Objekte in Reihen ordnen, so müssen auf den Objektträgern mit einem Klebmittel, das sich in Benzen nicht löst, parallele Striche gezogen werden. Man kann hierzu Leinöl mit dem halben Volumen Siccatif benutzen. Vier Stunden nach dem Auftragen versucht man, ob der richtige Grad von Klebrigkeit erreicht ist. Mit dem Einschliefsen mufs man mindestens drei Tage warten. Für geordnete Trockenpräparate kommt man mit einem dünnen Überzug einer Lösung von weichem Kanadabalsam in Benzen zum Ziel. Das Auflegen der Objekte wird mit Hilfe eines Präpariermikroskops ausgeführt. Der Objektträger liegt dabei auf einer Glasplatte, auf welcher mit Diamant eine gerade Linie eingeritzt ist. Zum Eintauchen der Nadel dient Terpentinöl mit einem kleinen Zusatz von Kanadabalsam.

55. Trockenpräparate.

Die Vorbereitung des Verschlusses ist ganz verschieden, je nachdem Trockenpräparate oder Balsampräparate angefertigt werden sollen; im ersten Fall hat man mit den Deckgläsern, im anderen Fall mit den Präparaten zu thun.

Um Verschlüsse für Trockenpräparate herzurichten, beginnt man mit Putzen der nötigen Deckgläser und mit Auswählen der erforderlichen Papierringe (7). Die Deckgläser müssen 2 mm gröfser sein als die Offnungen der Ringe auf welche sie gelegt werden sollen. Geputzte Deckgläser im Vorrat zu halten, hat für Mikrochemiker, die sich derselben kaum anders als zur Anfertigung von Dauerpräparaten bedienen, keinen rechten Sinn, um so weniger, da das Putzen auf einer Unterlage von Leder oder Linoleum (5) schnell und

ohne Gefahr des Zerbrechens von statten geht. Die Papierringe werden auf einer Glasplatte durch Drücken mit Metall oder Glas geebnet und erhalten dann auf einer Seite einen dünnen gleichmäfsigen Anstrich mit Gummilösung oder flüssigem Leim. Man bestreicht drei oder vier Papierstücke nacheinander, inzwischen hat der Anstrich des ersten die Gummierung erweicht und ist dabei in genügendem Mafse dickflüssig und klebend geworden um fest an dem Deckglase zu haften. Die Deckgläser werden über den Rand der Unterlage geschoben, auf der sie geputzt wurden, mit einer spitzigen Pinzette gefafst, mit einem sauberen Pinsel abgestäubt und mit nahezu horizontal gehaltener Pinzette möglichst konzentrisch auf die Öffnungen der Papierstückchen aufgelegt. Man darf sich bei dem Auflegen nicht übereilen, da mit Zurechtrücken wenig zu verbessern ist. Nachdem die Gläschen mit der Pinzette leicht angedrückt sind, werden die Papierstücke, Glasseite nach unten, auf eine ebene Stein- oder Glasplatte gelegt und mit Hilfe eines aufgelegten Objektträgers etwa eine Minute lang gleichmäfsig gedrückt. Bleistücke von 0.2 kg, wie man sie zum Festlegen von Zeichnungen benutzt, sind hierfür bequem und zweckmäfsig. Das Gelingen hängt von der richtigen Dicke und Gleichmäfsigkeit des Leimanstrichs ab. Wo derselbe zu dünn aufgetragen ist, kann auch durch starken und anhaltenden Druck kein vollkommener Anschlufs hervorgebracht werden; ein Zuviel wird ausgepreſst und hat lästiges Ankleben an den Preſsplatten zur Folge. Nach vorsichtigem Abheben[1]) wird, was gleichmäfsig haftet, zum Trocknen aufgestellt, sperrige Papiere werden doppelt belastet und bleiben zehn Minuten unter Druck. Nach einer halben Stunde kann das überstehende Papier mit einer scharfen Schere knapp an den Deckgläsern weggeschnitten werden. Gerät der Rand eines Deckglases zwischen die Schneiden der Schere, so wird derselbe nicht abgezwickt, sondern es entsteht ein Sprung, der das Deckglas unbrauchbar macht. Man braucht aber auch nicht überängstlich knapp zu schneiden, da kleine Fehler durch die Lackringe der Wahrnehmung entzogen werden. Während des Schneidens hält man die Deckgläser in der Pinzette gefafst und macht durch eine stetige kleine Verschiebung der linken Hand, dafs sie auf der Schere rollen.

---

[1]) Am besten wirkt gleichzeitiges Ziehen mit der Pinzette und Schieben mit der Kante eines Objektträgers, in zwei zu einander senkrechten Richtungen.

Soll ein beschnittenes Deckglas sogleich aufgelegt werden, so erhält der stehen gebliebene Papierring einen recht gleichmäfsigen Leimanstrich, andernfalls wird es, Papier nach unten, auf eine Glasplatte gelegt. Bei dem Leimen hält man das Deckglas zwischen den Spitzen der Pinzette und setzt daneben kleine Tupfen auf, da sonst hier eine Lücke bleiben würde. Das Auflegen und Andrücken auf die Objektträger ist in derselben Weise zu bewerkstelligen, wie das Aufkleben der Deckgläser auf die Papierstückchen, auch sind dabei dieselben Vorsichtsmafsregeln zu beachten. Für das Trocknen mufs diesmal mehr Zeit gegeben werden — etwa drei Stunden — damit vor dem Anlegen des Lackringes alle Feuchtigkeit abdunsten könne.

56. Lackringe.

Saubere Lackringe zu ziehen, erfordert zwar einige Übung, ist aber doch recht schnell erlernt. Als Übungsobjekte kann man Stücke von Objektträgern benutzen, mit Papierscheibchen beklebt, um welche man mit dem Lackpinsel konzentrische Kreise von verschiedener Breite, in Abständen von 0.5 mm zu ziehen sucht. Das Zentrieren des Präparats auf der Drehscheibe geht schnell genug von statten; so lange man noch nicht genügend geübt ist, kontrolliert man mit einer stumpfen Nadel, die an den Anschlag[1]) gedrückt und mit dem Rande des Deckglases in Berührung gebracht wird. Der Pinsel soll in der Richtung der Tangente schleppen, er soll den Objektträger erst berühren, wenn die Drehscheibe schon in Bewegung ist und soll abgehoben werden ehe sie zum Stillstand kommt. Beide Bewegungen, das Ansetzen und das Abheben, müssen stetig, ohne Ruck, ausgeführt werden, da sonst, zumal bei vollem Pinsel, Knoten und Kleckse entstehen. Die Breite des Ringes kann unter dem Ziehen durch einen kleinen Druck gegen den Pinselstiel, nach einwärts oder auswärts, abgeändert werden.

Mit einem gut haftenden Lack von der rechten Konsistenz kann man einen Ring auf einen Zug fertig machen. Sicherer ist es, zweimal zu ziehen, das erste Mal mit weniger vollem und mehr schleppend angelegtem Pinsel. Der Ring mufs in der verlangten Breite und mit sauberen Grenzlinien angelegt werden. Zeigt der erste Auftrag

---

[1]) Meistens fehlt derselbe; doch ist eine horizontale Anschlagleiste über der Drehscheibe als Stütze für den Pinselstiel bequem, und ohne Schwierigkeit anzubringen.

Neigung zu zerreifsen und ein Netzwerk von Tröpfchen zu bilden[1]), so müssen die Objektträger rings um die Deckgläser gelinde erwärmt werden. Man braucht alsdann zwischen dem ersten und zweiten Zuge nicht mehr Zeit verstreichen zu lassen, als nötig ist, den Pinsel zu füllen, so voll, dafs man noch einen Strich damit ziehen kann, ohne zu klecksen. Man hält ihn weniger schleppend als das erste Mal und richtet seine Spitze auf die Fuge zwischen Deckglas und Objektträger. Übrigens richtet man sein Augenmerk auf den Innenrand des vorgezeichneten Ringes, den Aufsenrand sucht der vom Deckglas ablaufende und durch die Drehung auseinandergetriebene Lack ohne Zuthun auf.

Ist kein Putzen der Objektträger erforderlich, so können die Präparate sogleich durch Aufkleben von Etiketten fertig gemacht werden, sonst ist vollständiges Erhärten der Lackringe abzuwarten, welches $1^1/_2$ bis 2 Tage in Anspruch nimmt.

57. Balsampräparate. Einschmelzen.

Balsampräparate erfordern, mit wenigen Ausnahmen, eine Vorbereitung, durch welche die Objekte mit dem Objektträger in solcher Weise verkittet werden, dafs sie bei dem Andrücken des Deckglases keine Ortsveränderung erleiden. Manche Objekte verlangen Abänderungen der Vorbereitung, weil ihr Brechungsindex dem der als Einschlufsmittel benutzten Terpene (1.53—1.54) zu nahe kommt, andere, weil sie durch längere Berührung mit denselben Veränderungen erleiden. Objekte, welche von Benzen gelöst werden, kommen hier nicht in Betracht, sie müssen als Trockenpräparate eingeschlossen werden.

Einschmelzen in Kanadabalsam, ohne besondere Vorbereitung ist für Gesteinsschliffe allgemein üblich. Der Mikrochemiker kann von diesem einfachsten Einschliefsungsverfahren nur in vereinzelten Fällen Gebrauch machen, wenn es sich um wasserfreie Krystalle handelt, wie Kaliumchloroplatinat, Bleichlorid, und wenn es auf die gegenseitige Lage der Krystalle nicht ankommt. Verwickelte Krystallaggregate, wie von Zink- und Kobalto-Merkurisulfocyanat machen

[1]) Schwarzer Maskenlack des Handels kann zur Verbesserung von solchem Lack dienen, und ist auch sehr brauchbar zur Befestigung von Deckgläsern auf Storaxpräparaten. Er haftet sehr fest an Glas, wird aber bei dem Trocknen glanzlos und unansehnlich. Man überstreiche deshalb mit gewöhnlichem schwarzem Spirituslack.

schon grofse Schwierigkeit. Es hält schwer, die Luft aus den Zwischenräumen der Krystalle zu verdrängen und es ist kaum möglich, bei dem Andrücken des Deckglases an die dickflüssige Masse Beschädigung der charakteristischen Formen durch Zerbröckeln zu vermeiden. Noch schlimmer ist man daran, wenn es sich um Übersichtspräparate verschieden gefärbter und regelmäfsig angeordneter Mischkrystalle und vollends, wenn es sich um leicht schmelzbare Verbindungen handelt oder um solche, die schon unter 100° flüchtige Bestandteils verlieren.

In den drei letztgenannten Fällen ist nur mit Lösungen von abgedampftem Kanadabalsam oder Dammarharz, die bei Zimmertemperatur ziemlich dünnflüssig sind, sicherer Erfolg zu erzielen, und da es sich herausgestellt hat, dafs derartige Lösungen allgemein anwendbar sind, kann man für mikrochemische Dauerpräparate das Einschmelzen in Kanadabalsam fallen lassen.

58. Fixieren mit Harzlösungen.

Vor allem handelt es sich darum, aus dem Präparat die Luft zu verdrängen. Als Verdrängungsmittel hat Benzen sich in jeder Weise bewährt. Es benetzt und durchdringt die Präparate so leicht und schnell, dafs aus dem dichtesten Krystallfilz alle Luft ausgetrieben wird, ohne dafs Bläschen zustande kommen, und dafs kein Zerbröckeln und keine Ortsveränderung statt hat. Es ist überraschend, zu sehen, wie zerbrechliche und bewegliche Krystallskelette und Flittern, die man nur mit gröfster Vorsicht auswaschen konnte, bei dem Aufsetzen eines Tropfens Benzen unbeschädigt auf dem Fleck liegen bleiben, und ebenso die zartesten Krystallbüschel dicker Sublimate (Oxalsäure, Fumarsäure). Bevor man aber dies Mittel auf Präparate anwendet, die man einschliefsen will, ist es ratsam, falls man ihr Verhalten zu Benzen noch nicht kennt, unter schwacher Vergröfserung einen Vorversuch an einem Ausschufspräparat zu machen. Hierbei stellt sich zugleich heraus, ob das Präparat in Dammar oder Balsam gut sichtbar sein wird (Benzen $n = 1.50$, Kanadabalsam 1.53, Dammar etwas niedriger), und nach dem Verdunsten des Benzens, ob die Verbindung in störendem Mafse löslich ist (Säume um Häufchen von Krystallen). Findet in Benzen starkes Abblassen statt, so setze man ein Tröpfchen der Lösung von Metastyrol in Benzen zu, um sich zu vergewissern, ob die Umrisse der Krystalle hierin nach dem Verdunsten des Lösungsmittels deutlicher

zum Vorschein kommen. Die meisten Verbindungen der Edelmetalle und die Halogenverbindungen des Quecksilbers verlangen unter allen Umständen Metastyrol als erstes Einschlufsmittel, da sie durch Terpene reduziert werden.[1])

Damit alle Luft ausgetrieben werde, brauchen nicht alle Krystalle eines Präparats mit Benzen bedeckt zu sein; es genügt reichliche Durchtränkung, so dafs Flüssigkeit über den Krystallen sichtbar wird. Bevor dieselbe verdampft ist, lasse man einen Tropfen der Lösung von Dammarharz oder Metastyrol folgen. Dammarlösung breitet sich willig aus, der dickflüssigen Lösung von Metastyrol mufs man durch Neigen nach verschiedenen Richtungen nachhelfen. Ortsveränderungen der Objekte treten auch diesmal nicht ein. Dies hat seinen Grund darin, dafs die Harzlösung nicht sogleich, sondern erst später zwischen die Krystalle eindringt, in dem Mafse, wie das Benzen verdunstet. Der auf die Mitte des Präparats gesetzte dickflüssige Tropfen treibt einen Teil des dünnflüssigen Benzens vor sich her, eine Umsäumung bildend, ein anderer Teil bleibt darunter eingeschlossen. So entstehen drei ziemlich scharf getrennte Zonen: ein Saum von fast reinem Benzen, innerhalb desselben ein Ring von fast unverdünnter Harzlösung, während im centralen Teil des Tropfens mit Benzen getränkte Kryställchen und ein dünner Überzug von Harzlösung zu finden sind. Dafs der Vorgang sich in dieser Weise abspielt, folgt aus den Formveränderungen, welche unter dem Verdunsten des Benzens vor sich gehen. Zunächst wird der Tropfen kleiner und flacher, dann entsteht ein ringförmiger Wulst, während der centrale Teil einsinkt. Mit der minder beweglichen Lösung von Metastyrol kommt die Napfform nicht zustande und man kann es auch durch stärkere Konzentration von Dammarlösung dahin bringen, dafs nahezu ebene Überzüge zurückbleiben.[2]) Mit einer solchen Lösung arbeitet es sich am schnellsten und am sichersten, nicht etwa

---

[1]) Ausnahmen machen die Mehrzahl der Chloroplatinate und Metallammoniumverbindungen. Viele Jodoplatinate vertragen Balsam, jedoch sind sie weniger beständig als die Chloroplatinate.

[2]) Frisch bereitete Lösungen pflegen konkav eintrocknende Tropfen zu geben, nach einiger Zeit sind sie durch Abdunsten von Benzen auf die Konzentration gekommen, bei welcher die Präparate eben ausfallen, dann kommt eine Zeit, wo sie gewölbte Präparate liefern und durch Zusatz von Benzen wieder auf mittlere Konzentration gebracht werden müssen.

mit einer Lösung, die so weit verdünnt ist, dafs man damit ohne vorgängige Durchtränkung mit Benzen arbeiten kann. Man ist im letzteren Fall weniger gegen Verschiebungen und Zerbröckeln gesichert und überdies genötigt zwei oder drei Tropfen auf dem Präparat verdunsten zu lassen, um einen Überzug von genügender Stärke und Gleichmäfsigkeit herzustellen. Napfförmige Präparate können geebnet werden durch Zufügen eines kleineren Tropfens um die Zeit, wo das Einsinken zu Ende geht oder, um dieselbe Zeit, durch flüchtiges Erwärmen unter dem Aufsenrand des ringförmigen Wulstes. Dies hat zur Folge, dafs der Wulst sich nach innen verbreitert und abflacht. Die Schicht, welche nach dem Verdunsten eines Tropfens Metastyrol-Lösung zurückbleibt, fällt weit dünner aus als von Dammarlösung. Metastyrol mufs deshalb nicht selten zweimal aufgetragen werden, was mit Dammarlösung nur ausnahmsweise, bei ungewöhnlich dicken Präparaten vorkommt. Im allgemeinen halte man sich daran, dafs keine scharfkantigen Höcker und Spitzen aus dem Überzuge hervorragen dürfen. Metastyrol erhält nach etwa zehn Minuten noch einen dünnen Überzug von Dammarlösung, die mit einem Tröpfchen Benzen aufgetragen und mit einem Glasstäbchen ausgebreitet wird. Storax wird in derselben Weise, wie Dammarlösung, auf die mit Benzen getränkten Präparate aufgetragen.

59. Erhärten.

Präparate, die soweit hergerichtet sind, können ohne Schaden einige Tage an einem vor Staub geschützten Ort bewahrt werden. Hat man es eilig, so können die Deckgläser sechs Stunden nach dem Auftragen der Dammarlösung aufgelegt werden; man verfährt in dieser Weise, wenn jede Temperaturerhöhung vermieden werden mufs. Derartige Präparate sind recht weich und verletzlich, sie sogleich nach dem Auflegen der Deckgläser zu reinigen ist recht mühsam, so dafs man diese Arbeit womöglich einige Tage aufschieben soll. Die wenigste Mühe hat man, wenn das Auflegen der Deckgläser am nächsten Tage, nach ungefähr 24 Stunden, vorgenommen wird. Hat man mehrere Tage damit gewartet, so ist die Erhärtung der Oberfläche zu weit fortgeschritten, dieselbe mufs alsdann durch Aufsetzen eines Tröpfchens Benzen, welches man darauf verdunsten läfst, erweicht werden. Es ist nicht anzuraten, das Erhärten der Dammarlösung durch Erwärmen bis 50 ° auf einem Wasserbade oder in einem Trockenschrank zu beschleunigen. Allerdings kann man es dahin

bringen, bereits nach zwei Stunden die Deckgläser auflegen und unmittelbar darnach die Präparate reinigen und etikettieren zu können, allein auf die Gefahr, sie voll von Bläschen zu finden, die oftmals nicht ohne Beschädigung der Objekte zu vertreiben sind.

60. Auflegen der Deckgläser.

Auf Präparaten, die keine Erwärmung vertragen, werden die Deckgläser mittelst Dammarfirnis befestigt. Auf die Mitte des Präparates wird ein Tröpfchen gesetzt, welches dasselbe kaum zur Hälfte bedeckt, auf dieses Tröpfchen wird, ehe die Wölbung desselben verschwunden ist, das Deckglas gelegt, und zwar ein wenig geneigt, damit keine Luftblasen unter demselben eingeschlossen werden. Erfolgt bei sehr gelindem Andrücken keine genügende Ausbreitung der Flüssigkeit, so lasse man zwischen Deckglas und Objektglas einen Tropfen Benzen eindringen und langsam verdunsten. Es kann nun durch behutsames und anhaltendes Drücken mit einer stumpfen Nadel vollkommener Anschluſs des Deckglases bewerkstelligt werden. Um dasselbe soll ein kleiner Wulst von ausgetretener Harzlösung entstehen, welcher das Eindringen von Luft während des Erhärtens verhindert; etwaige Lücken in demselben werden durch Aufsetzen und Ausbreiten von Tröpfchen Dammarlösung gefüllt, bevor das Präparat zur Seite gelegt wird.

Die groſse Mehrzahl aller mikrochemischen Präparate verträgt gelindes Erwärmen. Für Präparate dieser Art wird Kanadabalsam zur Vollendung des Verschlusses benutzt. Die Arbeit wird durch diese Abänderung erheblich erleichtert und abgekürzt, überdies kann so festes Anhaften der Deckgläser erreicht und die Möglichkeit nachträglichen Eindringens von Luft so verschwindend klein gemacht werden, daſs man nach dem Erkalten des Verschlusses ohne Aufenthalt die Präparate fertig machen kann.

Man beginnt damit, ein wenig Balsam mittelst eines kleinen Spatels (4) aus der Tube zu nehmen und auf die abgestäubte Seite eines in der Pinzette gehaltenen Deckglases zu übertragen. Die Quantität hängt von der Gröſse des Deckglases, von der Dicke, der Wölbung und der glatteren oder mehr höckerigen Beschaffenheit der Präparate ab. Ein Präparat, das kleiner ist als das Deckglas, dabei stark gewölbt und höckerig, verlangt eine reichliche Zugabe von Balsam, um ohne Andrücken, das in diesem Fall, wegen der hervorragenden Krystallaggregate unzulässig ist, den Raum unter dem

Deckglase füllen zu können. Normale Präparate, die gelinden Druck vertragen, erhalten viel weniger; ein geübter Arbeiter weifs die Quantität so zu bemessen, dafs am Rande des Deckglases nur einzelne Tröpfchen Balsam austreten. Ein fortlaufender Wulst soll hier nicht entstehen. Was hierin versehen wird, um bei dem Auflegen der Deckgläser an Zeit und Arbeit zu sparen, mufs bei dem Reinigen durch doppelten und dreifachen Aufwand von Zeit und Arbeit gut gemacht werden. Etwaige Luftblasen in dem Klümpchen Balsam sind leicht zu entfernen, indem man mit dem Deckglase durch die Spitze einer kleinen Flamme fährt. Bei dem Auflegen bedarf es keiner besonderen Vorsicht; das Klümpchen Balsam kommt dabei ohne Zuthun in die napfförmige Vertiefung, die vielen Präparaten eigen ist, da diese sich stets in der Mitte befindet. Gelinder Druck mit einer stumpfen Nadel bewirkt, dafs der Balsam sich zwischen Präparat und Deckglas ausbreitet. Die Nadel wird dabei je nach Bedürfnis von einer Stelle zu anderen versetzt, um die Ausbreitung möglichst gleichmäfsig zu machen. Man darf nicht zu bald mit Drücken aufhören, denn die Ausbreitung des Balsams verlangsamt sich in dem Mafse, wie sie sich dem Rande des Deckglases nähert und es kommt hinzu, dafs man bei Zimmertemperatur vor Verschiebungen und Zerreifsungen sicher ist, weil das erhärtete Dammarharz nicht an der Ausbreitung teil nimmt. Auch darf man sich nicht verleiten lassen, zu glauben, dafs mit starkem Druck schneller vom Fleck zu kommen wäre. Bei Anwendung von starkem Druck wird das Deckglas durchgebogen und der Balsam von der gedrückten Stelle weggetrieben, um bei Aufhören des Druckes dahin zurückzufliefsen.

Schliefslich wird das Deckglas über einer kleinen Flamme flüchtig erwärmt, um den Balsam dünnflüssig zu machen und das Dammarharz oberflächlich zu erweichen. Dabei hat schnelle Ausbreitung statt, die im günstigsten Falle, wenn das Präparat recht eben war und die Erhärtung nicht zu weit fortgeschritten, bis zum Rande des Deckglases gehen kann, so dafs nur übrig bleibt, durch einen gelinden Druck einen Überschufs von Balsam und mit ihm vielleicht einige am Rande angehäufte Luftbläschen über den Rand des Deckglases hinaus zu treiben. In der Regel kommt man nicht so schnell zum Ziel. Das Deckglas stützt sich auf einen Wulst von Dammarharz und um diesen abzuflachen bedarf es länger anhaltenden Druckes,

bisweilen auch nochmaligen gelinden Erwärmens. Luftbläschen können viel Mühe machen, wenn das Deckglas nicht eben ist. Sie nehmen dann bisweilen eine ganz unerwartete Richtung, können sich auch in einiger Entfernung von der Mitte hartnäckig festsetzen, wenn das Deckglas nach aufwärts gewölbt ist. Durch Druck wird die Krümmung konkav und das Bläschen bewegt sich langsam nach aufwärts, dem Rande zu. Man darf aber nicht zu früh mit Drücken aufhören, sonst nähert es sich wieder der Mitte, schneller als es sich davon entfernte.

61. Dicke Präparate.

Dicke Präparate mit grofsen zerbrechlichen Krystalldrusen (Kobalto-Merkurisulfocyanat, Kalium-Cinchoninferrocyanhydrat, Akridin-Chloromerkurat) erfordern abweichende Behandlung. Sollen die dünnen, nach allen Richtungen gewachsenen Krystalle unversehrt und in unveränderter Stellung eingeschlossen werden, so gilt es, sie gegen Druck zu schützen und Strömungen in dem Einschlufsmittel zu verhüten. Nach beiden Richtungen mufs schon bei dem Vorbereiten des Verschlusses vorgesorgt werden. Hat der erste Tropfen Dammarlösung einen Ring gebildet, so wird derselbe durch Erwärmen (58) abgeflacht, hiernach wird in derselben Weise ein zweiter und nötigenfalls ein dritter Tropfen aufgesetzt, bis die Krystallaggregate von dem zähflüssigen Rückstand bedeckt sind. Nach vollständigem Erkalten folgen noch zwei Tropfen, bei deren Verdunsten es im Gegenteil darauf ankommt, einen recht hohen schützenden Ring aufzubauen. Zu dem Ende wird, sobald die Ringbildung beginnt, die Mitte mit einem in Benzen getauchten Glasstäbchen berührt. Die Harzlösung weicht vor dem Benzen zurück und staucht sich zu einem Ring, der eine Höhe von 0.7 mm erreichen kann. Es ist, durch Abänderungen in der Gröfse der Tropfen, darauf hin zu arbeiten, dafs der Schutzring nicht in das Präparat kommt, sondern dasselbe abschliefst. Das so weit hergerichtete Präparat mufs mindestens zwei Tage zum Abdunsten beiseite gelegt werden, damit die Erhärtung der dicken Harzschicht soweit fortschreiten kann, dafs im Innern derselben bei dem Auflegen des Deckglases keine Verschiebungen statthaben. Das Auflegen geschieht mit einer reichlichen Zugabe von Balsam, das Andrücken und Erwärmen mit besonderer Vorsicht. Zugabe von einem Tröpfchen käuflichen Dammarfirnisses befördert die Ausbreitung des Balsams, verzögert aber auch das Erhärten.

Ist man genötigt, mehr als einmal zu erwärmen, so muſs zwischendurch völliges Erkalten abgewartet werden.

62. Dünne, verletzliche Präparate.

Dünne Präparate mit leicht verletzbaren Krystallskeletten (Palladammoniumchlorid, Phtalimidkupfer) sind leichter zu schützen. Sie erhalten einen schützenden Überzug von Metastyrol. Dasselbe wird mehrmals aufgetragen und bei den letzten Tropfen wird durch Zufügen von Benzen und Ausbreiten dafür gesorgt, daſs die Schicht recht eben ausfällt. Dann folgt ein dünner Überzug von Dammarlösung und am nächsten Tage das Auflegen des Deckglases, mit Hilfe von Kanadabalsam, ohne besondere Vorsichtsmaſsregeln. Die Temperatur, bei welcher Metastyrol erweicht, liegt so viel höher als diejenige, bei welcher Kanadabalsam dünnflüssig wird, daſs keine Verschiebungen zu befürchten sind. —

63. Reinigen der Präparate.

Für das endgültige Reinigen der Präparate findet man die Vorschrift, den Kanadabalsam soweit wie möglich durch Abkratzen mit einem stumpfen Messer zu entfernen und darnach mit einem Lappen zu putzen, der mit Terpentinöl und schlieſslich mit Alkohol angefeuchtet wird. Man kommt mit diesem Verfahren zum Ziel, aber es ist auſser Frage, daſs von allen Arbeiten, die bei der Anfertigung von Dauerpräparaten auszuführen sind, das Reinigen von Balsampräparaten die unangenehmste ist. Mit erhärtetem Balsam kommt man noch leidlich schnell vom Fleck, allerdings um den Preis, daſs die herumfliegenden Splitter sich überall anhängen und festkleben, mit weichem Balsam und ebenso mit halb erhärteter Dammarlösung wird die Arbeit unleidlich. Nur ein kleiner Teil wird durch das Abkratzen entfernt, der gröſste Teil wird auf dem Objektträger verschmiert. Die Beobachtung, daſs Kanadabalsam und Dammarlösung auf nassem Glase nicht kleben und schmieren, führte dahin, nicht allein das Abkratzen zu erleichtern und abzukürzen, sondern auch das langwierige und lästige Putzen mit Lösungsmitteln abzuschaffen. Nach längerer Anwendung des nassen Verfahrens hat sich als ein weiterer Vorzug herausgestellt, daſs die Präparate in der Regel kurz nach dem Auflegen der Deckgläser gereinigt werden können, in einem Zustande von Weichheit, in welchem sie mit Anwendung des alten Reinigungsverfahrens unfehlbar würden verdorben werden. Zum Abkratzen bediene man sich eines spitzen Messers mit gerader oder doch

nur wenig gekrümmter Schneide und bringe recht viel Wasser auf das Präparat. Reines Wasser haftet nicht genügend, läuft auch zu leicht ab, zweckmäfsiger ist Seifenwasser. Man macht mit einem feuchten Stück Seife einige Striche auf dem Objektträger und vertreibt diese mit einem in Wasser getauchten Borstenpinsel. Entsteht hierbei ein leichter Schaum, so ist dies nur nützlich, weil derselbe die Flüssigkeit beisammenhält. Meint man alle Krusten und Flecke losgemacht zu haben, so wird das Präparat abgespült, das Deckglas mit einiger Vorsicht trocken gewischt und darnach mit einem zusammengefalteten Zipfel des Wischtuches seine nächste Umgebung. Kommen noch unsaubere Stellen zum Vorschein, so werden sie benetzt und abgekratzt, oder, wenn sie geringfügig sind, kräftig abgerieben.

64. Etikettieren.

Die Aufschriften auf den Etiketten mikrochemischer Dauerpräparate sollten, um dem Verbleichen vorzubeugen, nicht mit gewöhnlicher Tinte, sondern mit chinesischer Tusche geschrieben werden. Bezieht man die Etiketten mit den Objektträgern, so erhält man sie in den passenden Mafsen, die Länge nahezu gleich der Breite der Objektträger, was bei dem Zurechtrücken auf den Objektträgern Zeit spart. Behufs dauerhafter Befestigung ist für Austreiben der Luftblasen bei dem Aufkleben zu sorgen. Dies ist nicht immer zu erreichen, wenn man sich mit Anfeuchten des gummierten Papiers begnügt; verteilt man die Anfeuchtung auf Papier und Glas, so geht es leicht von statten, indem man mit dem Zeigefinger der rechten Hand von links nach rechts andrückend, die Luftblasen vor sich her treibt. Schliefslich wird das Präparat mit der aufgeklebten Etikette auf einen Streifen Saugkarton gelegt und fest angedrückt, um auch die Ränder zu glattem Anliegen zu bringen. Gleichzeitig werden durch kleine Verschiebungen des Objektträgers die Ränder des Papiers in gleichmäfsigen Abstand von den Kanten des Glases gebracht. Es ist das eine Kleinigkeit, aber gerade darum sollte sie nicht aufser acht gelassen werden. Es ist widersinnig, mehrere Stunden daran zu wenden, ein Präparat so vollkommen wie möglich herzustellen und schliefslich, bei dem Fertigmachen, in die gröbste Nachlässigkeit zu verfallen, um einige Minuten zu ersparen. Nach dem Trocknen wird überstehendes Papier mit einem scharfen Messer weggeschnitten, wobei der Schnitt auf der beschriebenen Seite des Papiers angesetzt und streifend längs dem Glase geführt wird.

VIII. Metallpräparate.

65. Allgemeines.

Die Herstellung und die Bewahrung von Metallpräparaten weicht in mehrfacher Beziehung von derjenigen der bis jetzt besprochenen Präparate ab, so dafs denselben ein besonderer Abschnitt gewidmet werden soll. Für manche Einzelheiten kann auf eine früher erschienene Arbeit (Das mikroskopische Gefüge der Metalle und Legierungen)[1]) verwiesen werden. Die Herstellung beruht nur zum Teil auf chemischen Operationen. Meistens ist in erster Reihe eine sorgfältige mechanische Vorbereitung erforderlich und in einzelnen Fällen genügt diese um das Gefüge zur Anschauung zu bringen. Die mechanische Bearbeitung kann nur bei denjenigen Metallen und Legierungen wegfallen, von welchen durch zweckmäfsig geleitetes Schmelzen und Abkühlen krystallisierte Flächen gewonnen werden können. Präparate der letztgenannten Art (Krystallisationspräparate) sollen zuerst besprochen werden, hiernach Präparate, deren Gefüge ausschliefslich durch mechanische Bearbeitung blofsgelegt ist (Schliffpräparate), sodann Präparate, bei deren Herstellung Anlauffarben zur Anwendung kommen (Anlafspräparate) und schliefslich die verschiedenen Abarten von Ätzpräparaten. Anlafspräparate und Ätzpräparate können neben der Struktur Einzelheiten der Zusammensetzung zur Anschauung bringen, während Schliffpräparate und Krystallisationspräparate auf Darstellung der Anordnung und Krystallformen einer der Legierungen beschränkt sind, in welche eine erstarrende Metallmasse zerfallen ist.

66. Krystallisationspräparate.

Metalle und Legierungen von niedrigem Schmelzpunkt (unter 400°) sind nach einem von Stolba angegebenen Verfahren zum Krystallisieren zu bringen. Man schmelzt etwa 50 gr ohne Bedeckung, in einem Porzellantiegel, kühlt durch Einwerfen von kaltem Metall bis nahe auf den Schmelzpunkt ab, schiebt die Oxydhaut mit einem Kartonstreifen zusammen und gieſst das blanke Metall in ein Pappkästchen dem man zweckmäfsigerweise einen falschen Boden von ausgeglühter Asbestpappe gegeben hat. Hat man nur einige Gramme

[1]) Hamburg und Leipzig, Verlag von Leopold Vofs, 1894.

zur Verfügung, so schmelzt man auf einem Tiegeldeckel, streift das Oxyd ab und läfst langsam erkalten. Es kommt dann vor allem darauf an, dafs man nicht weit über den Schmelzpunkt erhitzt hat. Nach diesem einfachen Verfahren kann man von Zinn und Blei scharfe Krystallumrisse erhalten, aber kein starkes Relief. Wird dieses verlangt, so mufs man abgiefsen. Durch Betupfen mit einem angekohlten Span sucht man den Zeitpunkt, wo die Metallmasse breiartige Beschaffenheit annimmt, verhindert sie durch den vorgehaltenen Span am Gleiten und läfst durch Neigen des Kästchens den flüssigen Anteil aussickern. Nicht immer gelingt dieser Versuch, denn zu seinem Gelingen gehört offenbar eine leicht schmelzbare Mutterlauge; mit anderen Worten, soll der Versuch mit einem Metall gelingen, so mufs dessen Schmelzpunkt durch geringe Verunreinigungen um ein Beträchtliches erniedrigt werden. Überdies geschieht es oft, dafs die weiche Metallmasse sich staucht oder zerreifst; gewöhnlich ist dann nichts zu machen als einschmelzen und nochmals giefsen. Auch von wohlgelungenen Platten sind die Ränder meist unansehnlich; man haut die guten Stücke mit einem Meifsel aus und bringt sie mit der Feile vollends in die verlangte Form.

Metalle und Legierungen von hohem Schmelzpunkt müssen gegen Oxydation geschützt werden. Nach dem oben beschriebenen Verfahren wurden von Zink brauchbare Präparate erhalten, nicht aber von Antimon und von weifser Bronze. Kupferzinn- und Kupfersilberlegierungen können bis zu Hellrotglühhitze durch Kaliumcyanid geschützt werden. Man thut das Metall mit einigen Stücken Kaliumcyanid in einen kleinen Porzellantiegel und schmelzt über einem Hugershoffbrenner oder über einer Gebläselampe. Das flüssige Metall mufs eine reine glänzende Oberfläche zeigen, andernfalls fehlt es an Kaliumcyanid. Läfst man im Tiegel erstarren, so kommen nur an der Oberfläche Krystalle zum Vorschein, giefst man hingegen in eine heifse Form von Holzkohle und deckt mit einem glühenden Stück Kohle, so kommt die Krystallisation auf allen Flächen zur Geltung. Durch zweimaliges Kochen mit Wasser werden die Präparate in der Regel rein und glänzend; bleiben einzelne Stellen matt und mifsfarbig, so schönt man mit verdünnter Schwefelsäure. Kupferzinklegierungen, kupferreiche Bronzen und reines Kupfer können nicht in dieser Weise behandelt werden. Bei den ersteren tritt eine heftige Reaktion zwischen Zink und Kaliumcyanid auf, bei den letzteren

verdampft das Kaliumcyanid, ehe das Metall zum Schmelzen kommt. Man muſs unter Bedeckung mit Kohlenklein schmelzen und, wenn die Präparate möglichst vollendet sein sollen, in glühende Formen von Kohle giessen. Erstarrt das Metall sogleich nach dem Gieſsen, so wird ein flaches Stück Holzkohle in einem Abstand von einem Centimeter darüber gehalten, eine reduzierende Gebläseflamme auf das Metall gerichtet und nach abermaligem Schmelzen die glühend gewordene Kohle zum Decken benutzt. Mit Bronze wird man fast immer, mit Messing meistens zum Ziel kommen, dagegen erhält man von reinem Kupfer und Silber nur schimmernde Flächen, durch verschiedene Lage der eng aneinander geschlossenen Kryställchen bedingt, bei nur wenig beschleunigter Erstarrung ganz glatte, gleichsam gefirniste oder geflossene Flächen. Wird zu Silber ein Prozent Kupfer oder Gold gefügt, so bildet sich eine Mutterlauge von abweichendem Schmelzpunkt und es kommen deutlich abgegrenzte Krystalle zum Vorschein. Präparate, die unter Kohle zur Krystallisation gebracht wurden, sind meistens nicht so frei von Oxyd, wie solche, die durch Kaliumcyanid geschützt waren. In der Regel wird man zu verdünnter Schwefelsäure und zu Ammoniak greifen müssen.

67. Schliffpräparate.

Schliffpräparate können nur von Legierungen hergestellt werden, und zwar von solchen, deren Gefügeteile ansehnliche Unterschiede in Härte aufzuweisen haben. Daneben kommt es auf besondere Behandlung bei dem Feinschleifen und bei dem Polieren an. Osmond spricht von Reliefpolieren; hieraus könnte gefolgert werden, daſs es nur auf besondere Kunstgriffe bei dem Polieren ankäme. Davon, daſs in Wirklichkeit dem Polieren untergeordnete Bedeutung zukommt, kann man sich an weiſsem Eisen, an Ferrochrom, am leichtesten an Babbitsmetall überzeugen. Ist das Feinschleifen mit gehöriger Sorgfalt ausgeführt, so genügen ein paar Striche auf fein mattiertem Glas, um auf Babbitsmetall die würflichen Krystalle von $SbSn_2$ zum Vorschein zu bringen, offenbar durch Glätten eines schon bei dem Feinschleifen entstandenen Reliefs.

Das Rohschleifen bietet nichts Besonderes. Man verschafft sich zunächst eine Platte von 1—2 cm Durchmesser und 3—4 mm Dicke, von weichen Metallen durch Abstechen auf der Drehbank oder durch Absägen mit einer Metallsäge und Ebnen mit einer Feile. Um eine möglichst ebene Fläche zu erzielen, führt man

zuletzt das Werkstück auf der Feile hin und her, wie auf einen Wetzstein. Metalle, welche die Säge stumpf machen würden, wie gehärteter Stahl, weifses Eisen, Ferrowolfram, Ferroaluminium, bearbeitet man mittelst einer Schneidescheibe und Karborundumpulver No. 150, welches mit Wasser oder Petroleum zu einem dünnen Brei angemacht wird. Im Notfall schlägt man mit einem schweren Hammer möglichst flache Scherben und schleift diese so gut es eben geht. Das Verfahren bei dem Rohschleifen ist je nach den Hilfsmitteln recht verschieden. Am schnellsten und leichtesten arbeitet es sich mit schnelllaufenden Karborundumscheiben. Fehlt es an einer Antriebmaschine hierfür, so kann man sich mit einem rotierenden harten Sandstein helfen, und wenn auch dieses Hilfsmittel nicht zur Verfügung steht, so ist man auf Schleifen mit der Hand angewiesen. Hierbei dient eine Platte von Gufseisen als Unterlage und das oben erwähnte Karborundumpulver, mit Wasser angemacht, als Schleifmittel. Das zu bearbeitende Metallstück wird mit ordinärem Siegellack (Packlack) auf ein Stück Holz von 1 cm Dicke gekittet, das als Handhabe dient. Je dicker die Handbabe genommen wird, desto schwieriger ist es, einen ebenen Schliff herzustellen. Gar zu leicht fällt die Fläche gekrümmt aus oder entstehen zwei Flächen statt einer, mit einem Rücken dazwischen, der schwer zu beseitigen ist. Um gleichmäfsiges Abschleifen zu sichern, wird das Werkstück in kurzen Zwischenräumen um 90^0 versetzt, zumal, wenn man auf rotierenden Flächen schleift. Hier hat die stärkste Abnutzung im Anlauf statt, auf einer Schleifplatte an der Seite wo der Daumen angreift.

Auf einer Schleifplatte oder einer rotierenden eisernen Schleifscheibe macht man den Übergang vom Rohschleifen zum Feinschleifen, indem man den gröfsten Teil des gebrauchten Schleifpulvers entfernt und nur noch Wasser zufügt. Das Werkstück bewegt man in engen Spiralen, um das Schleifpulver gleichmäfsig zu zerreiben. Ist ein gleichförmiges Grau erzielt, auf dem keine Schrammen mehr sichtbar sind, so beginnt das eigentliche Feinschleifen, mit geschlämmten Schleifpulvern. Selten wird man dieselben von genügend gleichmäfsig feinem Korn im Handel antreffen, man mufs selber schlämmen, um sich viel Ärger und Zeitverlust durch beigemengte gröbere Körner zu ersparen. Feinster geschlämmter Schmirgel oder Karborundum „60 Minuten“ wird in einer geräumigen Reibschale, die zu höchstens

$^1/_4$ gefüllt werden darf, mit Wasser zu einem steifen Brei gerieben, dieser wird unter Reiben verdünnt, bis die Schale gefüllt ist und nach etwa 10 Sekunden Ruhe die Hälfte in einen Eimer oder einen grofsen Cylinder abgegossen. Man fährt mit Zulassen und Abgiefsen von Wasser fort, bis die Trübung merklich nachläfst und nimmt dann eine neue Portion in Angriff. Ist der Cylinder gefüllt, so wird der Inhalt desselben aufgerührt, zuerst im Kreise, schliefslich, um Wirbelbewegung zu zerstören, über Kreuz. Nun wird ein Heber eingebracht und nach fünf Minuten in Thätigkeit gesetzt. Der Einlafs des Hebers mufs 3 cm unter dem Spiegel der Flüssigkeit gehalten werden und mindestens 10 cm müssen im Cylinder zurückbleiben. Mit diesem Rest wird das Aufrühren und Abhebern wiederholt. Die Trübe bleibt in einem bedeckten Gefäfs etwa 30 Stunden in Ruhe, dann kann das nur noch schwach getrübte Wasser bis auf einen geringen Rest abgehebert werden. Der Bodensatz mufs während des Trocknens und auch später bei Aufbewahrung und Gebrauch sorgfältig vor Staub geschützt werden. Um auf Relief zu schleifen ist solch ein feines Schleifpulver unentbehrlich, und als Unterlage eine harte Schleifplatte, auf welcher die Körner des Schleifmittels sich nicht festsetzen können. Die Körner müssen kleiner sein als die weichen Gefügeteile, um in diese eindringen, und sie müssen beweglich sein um den härteren Gefügeteilen ausweichen zu können. Schleifen auf einem Wetzstein, dessen harte Körner durch ein Bindmittel in ihrer Lage gehalten werden, giebt kein Relief, ebenso ist Schleifen mit Schmirgel oder Karborundumpulver auf einer Kupferplatte sehr zweckmäfsig, wenn es gilt, eine ebene, fein mattgeschliffene Fläche herzustellen, aber nicht, um ein Relief herauszuarbeiten. Auf Schmiedeeisen bekommt man ein schwaches, auf Gufseisen ein stärkeres, auf Glas das stärkste Relief. Dies steht in engstem Zusammenhang mit dem Verhalten dieser Substanzen zu harten Schleifmitteln, deren Körner auf Glas am wenigsten, auf Kupfer am stärksten haften und nun auf das Werkstück eine hobelnde Wirkung ausüben, die sich gleichmäfsig über harte und weiche Gefügeteile erstreckt. Aus dem Gesagten folgt, dafs weniger Druck anzuwenden ist als bei dem Rohschleifen, und auch, dafs geradlinige Parallelbewegung, die sonst bei dem Feinschleifen manche Vorteile bietet, hier nicht angebracht ist, endlich, dafs so viel Schleifpulver vorhanden sein mufs, als nötig ist, unmittelbare Berührung zwischen Werkstück und Schleifplatte zu

925913A

verhindern. Man schleift ohne Handhabe, je nach Gröfse des Werkstücks mit einem oder mit zwei aufgelegten Fingern, bis über die ganze Fläche ein gleichförmiges Matt verbreitet ist. Mit harten Legierungen wird man leicht zum Ziel kommen, für minder harte empfiehlt es sich, zum Schlusse auch ein minder hartes Schleifmittel zu benutzen, dessen Körner womöglich nicht so hart sind, als die harten, dagegen härter, als die weichen Gefügeteile des Werkstücks. Für Eisen und harte Bronzen kann man heftig geglühte Magnesia (H = 4.5) oder stark geglühtes Nickeloxydul (H = 5) benutzen, für minder harte Kupferlegierungen Calciumkarbonat (H = 3), gemengt mit schwach geglühtem Zinkoxyd (H = 4). Man arbeitet mit diesen Schleifmitteln nicht so schnell, wie mit Schmirgel oder Karborundum, erhält aber schärfere Zeichnung und kann bisweilen das Polieren unterlassen. Will man sicher gehen, so müssen sie durch Schlämmen vorbereitet werden.

Für das Polieren von Metallpräparaten sind sehr verschiedene Vorschriften gegeben. Sie laufen fast alle darauf hinaus, das Metallstück mit äufserst feinen harten Pulvern zu reiben. Als solche kommen in Betracht: stark geglühte Oxyde von Zinn (Zinnasche), Eisen (Englisch Rot, Polierrot) und Chrom. Will man nicht schlämmen, so ist Chromoxyd wohl das zuverlässigste, auch durch Verbrennen eines Gemenges von reinem Kaliumbichromat mit Schwefel und Auswaschen des Rückstandes leicht zu bereiten.

Die Mannigfaltigkeit liegt in den Reibflächen. Man hat hier reichliche Auswahl: Kalbleder, Sämischleder, Pergament (Sorby), Leinen (Osmond), Kautschuk (Martens); aus der Technik entlehnt: Filz, Holz, Pech, Blei und Zinn; endlich können noch als recht brauchbar genannt werden: Kork und Celluloid. Um eine Auswahl zu treffen, kann man unterscheiden: faserige und dichte, nachgiebige und unnachgiebige Reibflächen. Zu den faserigen gehören Leder, Leinen und Filz. Sie wirken nach Art einer Bürste, polieren schnell und sicher, runden scharfe Kanten ab, sind aus diesem Grunde nicht geeignet zum Reliefpolieren, und als arge Staubfänger überhaupt wenig verläfslich, ein Übelstand, den sie mit klebenden Reibflächen (Pech, Kautschuk) gemein haben. Holz und Kork leiden auch an diesem Übelstand. Einmal verstaubt sind sie kaum anders zu reinigen, als durch umständliches Abschaben der Reibfläche.

Celluloid (mit einer Mischung von Leim und Kanadabalsam auf

Glas oder Schiefer zu befestigen) ist weniger nachgiebig als Kautschuk, nachgiebiger als Zinn und eben so leicht wie dieses durch Abseifen zu reinigen. Zum Gieſsen von metallenen Polierplatten (Scheiben von ca. 12 cm Durchmesser) sind Legierungen von Zinn mit 6—10% Antimon zu empfehlen. Durch schnelles Erstarren werden diese Legierungen homogen und so wenig biegsam, daſs bei 10 mm Dicke keine Durchbiegung bei dem Abdrehen und im Gebrauch zu befürchten ist. Das Polieren geschieht auf Celluloid und auf Zinn in gleicher Weise, unter sehr wenig Druck, mit wenig Wasser und wenig Polierpulver, bis zu beginnendem Trocknen, wo dann ein oder zwei Tropfen Wasser zugefügt werden. Ist das Feinschleifen nach Wunsch ausgefallen, so erfordert das Polieren nur 3—5 Minuten. Ein zu viel an Polierpulver wirkt schleifend, mit zu viel Wasser und zu wenig Polierpulver erfolgt Kleben und Fressen. Auch hier ist, wie bei dem Feinschleifen, oberste Regel, daſs das Werkstück von beweglichen Körnern getragen werden und nicht in unmittelbare Berührung mit der Unterlage kommen soll.

Auf Zinnlegierungen kommt man mit Polierpulvern nicht zum Ziel, es sei denn, daſs man sehr nachgiebige, faserige Reibflächen benutze, und dann läſst der Erfolg noch viel zu wünschen übrig. Auch viel weichere Pulver (selbst Kartoffelstärke) übten zerstörende aufrauhende Wirkung, die als eine Folge des Eindringens und Festsetzens der Körner in dem weichen Metall erkannt wurde. Man muſs hier zu feinen Wetzsteinen greifen (feinste Schmirgelsteine, Arkansasstein, Wetzschiefer), die, um Kleben zu verhüten, mit sehr wenig Petroleum abgerieben werden. Das Polieren geschieht meistens ohne Mithilfe von Wasser und geht sehr schnell von statten. Wesentliche Bedingung ist, in womöglich noch höherem Maſse als bei dem Feinschleifen, vollkommene Ebenheit der Flächen, sowohl des Werkstücks, als des Poliersteins. Von Zeit zu Zeit wird der letztere, wenn er im Gebrauch konkav geworden ist, mit feinem Karborundum auf einem Stück Spiegelglas geebnet. Man hüte sich, das Polieren auf einem Stein zu lange fortzusetzen. Er kann kein Relief herausarbeiten, wohl aber ein bereits ausgearbeitetes zum Verschwinden bringen.

68. Anlafspräparate.

Für Anlafspräparate, die sich im allgemeinen gleich sehr durch Schönheit und durch Vergänglichkeit auszeichnen, kommen aus-

schliefslich Legierungen von hohem Schmelzpunkt in Betracht: Legierungen des Eisens, des Nickels und des Kupfers. Eine Ausnahme unter den letzteren machen Legierungen von Kupfer mit mehr als 6% Aluminium und mit mehr als 25% Zinn.[1]) Schliffe, die zu Anlafspräparaten bestimmt sind, erfordern besonders sorgfältige Bearbeitung, da Rauhigkeit und Verunreinigung der polierten Fläche augenfällige Änderungen der Anlauffarben nach sich ziehen. Das Feinschleifen und Polieren geschieht mit Hilfe einer Führungsleiste, um übrig bleibende feine Schrammen einer der Kanten des Präparates parallel und damit leicht kenntlich zu machen. Mufs das Präparat, das bis zu vollkommenem Spiegelglanz poliert ist, gewaschen werden, so darf kein Wasser darauf eintrocknen; am sichersten ist es, die Reinigung ohne Wasser, durch Abreiben mit Kork oder Leinen zu bewerkstelligen, worauf ein wenig Chromoxyd oder Zinnasche verteilt ist. Vor dem Polieren sind Reste von Harzkitt sorgfältig zu entfernen, da die Dämpfe, welche durch Zersetzung desselben entstehen, unfehlbar mifsfarbige Flecke und Striemen hervorbringen würden. Polierte Schliffe von Eisen und Stahl hat man auch vor Flammengasen zu hüten, da Wassertröpfchen, die sich daraus absetzen, Muster von mikroskopischen Tüpfeln hinterlassen, die viel zu raten geben können. Man unterlasse nicht, vor dem Erhitzen den Schliff mikroskopischer Besichtigung zu unterziehen, um die Reinheit desselben festzustellen und kleine Fehler der Bearbeitung aufzuzeichnen. Kommt es auf äufserste Gleichförmigkeit der Anlauffarbe an, so ist das Erhitzen in einem kleinen, mit Asbest bekleideten Luftbad vorzunehmen, dessen Temperatur auf 300° gebracht werden kann. Das Präparat liegt auf einem ⌴-förmigen dünnen Messingblech und ist mit einem Krystallisierschälchen oder einem kleinen Becherglase bedeckt. Sobald die verlangte Färbung erreicht ist mufs es herausgezogen und bloſsgelegt werden, da sonst die Färbung weiter gehen würde. Dürfen die Ränder ein wenig voreilen, so kann schneller und mit einfacheren Mitteln gearbeitet werden. Es genügt alsdann, eine Sandbadschale auf ca. 200° zu erhitzen, bei weggenommener Lampe den Schliff einzulegen und nach einer halben Minute das Erhitzen fortzusetzen bis die gewünschte Farbe erscheint. Die Flamme darf den Boden der

[1]) Hierher gehören auch Legierungen von Kupfer mit mehr als 60% Gold oder Silber.

Schale nicht berühren, es bleibt ein Zwischenraum von 10—15 mm. Läfst man sie gegen ein Drahtnetz schlagen und bedeckt die Schale mit einem Stück Glimmer, so genügt diese einfache Vorkehrung allen billigen Anforderungen. Man beachte, dafs die Unterseite des Schliffes überhitzt wird, so dafs schnelles Herausnehmen des Präparats und plötzliches Abkühlen durch Auflegen auf kaltes Metall wesentliche Bedingung zum Einhalten der gewünschten Färbung ist. Die Färbung wird, je nach dem Unterschied von Oxydierbarkeit der Gefügeteile, von gelb erster bis blau zweiter Ordnung aufgetrieben. Bei Eisen, Stahl und grauem Roheisen mufs man sich mit gelb begnügen, bei weifsem Eisen, Chromstahl, Nickelstahl, manganhaltigem Stahl kann man bis dunkelblau gehen und dabei überraschende Farbenkontraste erzielen. Bronze und Messing werden orange oder rot gefärbt; Kupfersilber- und Kupfergoldlegierungen geben auf violettem Grunde die schönsten Bilder.

Zum Schlusse sei noch bemerkt, dafs mifslungene Anlafspräparate durch Eintauchen in verdünnte Schwefelsäure entfärbt und nach Spülen und Putzen mit Kork und Polierpulver aufs neue dem Anlassen unterzogen werden könne.

69. Ätzpräparate.

Bei Anfertigung von Ätzpräparaten ist zu unterscheiden zwischen gewöhnlicher Ätzung auf Relief, Ätzung für fraktionierte Analyse und Ätzung mit gleichzeitiger Färbung.

Reliefätzung versuche man zuerst mit roter oder gelber Bronze und Ammoniak oder mit Babbitsmetall (weifsem Lagermetall) und rauchender Salzsäure als Ätzmittel. Ätzungen mit Ammoniak auf Messing, mit Salzsäure und Kaliumchlorat auf weifsem Roheisen verlangen öftere mikroskopische Besichtigung, während für die erstgenannten Präparate eine starke Lupe ausreicht. Schwieriger sind Ätzungen mit Salpetersäure. Salpetersäure vom specifischen Gewicht 1.2 und darunter macht nur durch Anhaften von Gasblasen einige Schwierigkeit, bietet aber auch keine besonderen Vorteile. Salpetersäure vom specifischen Gewicht 1.3 giebt auf Messing und kupferreicher Bronze Ätzungen, die sich durch Glanz und gefällige Farben vor anderen auszeichnen und ist das einzige Ätzmittel, womit man auf Kupferaluminiumlegierungen mit mehr als 7% Aluminium ein kräftiges Relief erhält. Die Schwierigkeit liegt hier in der schnellen Wirkung des Ätzmittels und in der Unmöglichkeit, das Fortschreiten

der Ätzung in der dunkelfarbigen, von Gasblasen erfüllten Flüssigkeit zu verfolgen. Um die Gasentwickelung zu beschränken gebe man der Rückseite durch Eintauchen in geschmolzenes Paraffin einen schützenden Überzug, übergiefse nach dem Erkalten in einem Uhrglase mit dem Ätzmittel, spüle, sobald das Aufbrausen sich über die ganze Fläche des Schliffs verbreitet hat, unter einem Wasserstrahl ab und bringe den Schliff nach raschem Abwischen unter das Mikroskop. Dauert die Ätzung zu lange, so werden auch die hervorragenden Teile des Gefüges angefressen. Ein solches Präparat kann auf den ersten Blick viel versprechend aussehen und unter dem Mikroskop fast wertlos sein. — Am schwierigsten sind Ätzungen auf Flufseisen und Stahl mit verdünnter Salzsäure oder Salpetersäure (1 : 50 bis 1 : 100). Man hat hierbei nicht das Auftreten von Gasblasen abzuwarten, sondern abzuspülen, sobald sich auf den sorgfältig polierten Schliffen eine geringe Verminderung des Glanzes bemerklich macht. Zeigen sich unter dem Mikroskop nur Anfänge eines Bildes, so wiederhole man die Ätzung und lasse sich nicht verleiten, dieselbe durch Erwärmen oder gar Zufügen von Säure beschleunigen zu wollen. Vollkommene Reinheit der polierten Fläche ist unerläfslich, um gleichmäfsige Ätzung zu sichern. Eine zweite, ebenso wesentliche Bedingung ist vollkommene Politur. Schliffe, die nicht spiegeln, können auch keine brauchbaren Ätzpräparate geben. Die Einzelheiten des Gefüges von Eisen und Stahl sind so klein und durch die mechanische Bearbeitung des Metalles so verunstaltet, dafs krummlinige regellose Schrammen die Deutung des mikroskopischen Bildes unmöglich machen und allerlei Irrungen herbeiführen können. Was von Schrammen zurückgeblieben ist, mufs geradlinig und parallel sein, um auf den ersten Blick durch das Mikroskop als nebensächlich erkannt zu werden.

70. Ätzung für fraktionierte Analyse.

Präparate, die für fraktionierte Analyse bestimmt sind, bedürfen keiner sorgfältigen Politur, müssen aber vollkommen eben sein. Um zu ermitteln ob dies der Fall ist, wird das Feinschleifen auf einem ebenen Stück Spiegelglas unter Zusatz von Polierpulver zu Ende geführt. Hierbei mufs der ganze Schliff glänzend werden; entsteht ein glänzender Fleck, so ist er konvex, entsteht ein Ring, was seltener der Fall ist, so zeigt dieser konkave Krümmung, und damit Fehler bei dem Befeilen und Rohschleifen an. Die Ätzung mufs möglichst tief gehen; um dies zu erreichen werden die Schliffe in vertikaler

Stellung oder vornüber geneigt in das Ätzmittel gebracht und dieses soweit verdünnt, dafs eine langsame Einwirkung statthat. Tiefätzung von Spiegeleisen erfordert 3—4 Stunden. Tiefätzung von Ferrochrom 10—15 Stunden. Das Ätzmittel ist so zu wählen, dafs keine Gasentwickelung statthat, die Ätzung ist zu beendigen, wenn auch die hervorragenden Gefügeteile matt und rauh werden. Sind die Schleifplatten in gutem Zustande, so ist nichts dagegen einzuwenden, das geätzte Präparat, nachdem von seinem Relief Schleifstaub entnommen ist, auf Zinn oder Celluloid zu polieren und es in diesem Zustande den mikrochemischen Präparaten beizulegen, die aus den Lösungen gewonnen sind. Statt dessen kann auch das Tiefätzen bis zu fast vollständiger Entfernung der leicht löslichen Gefügeteile fortgesetzt werden, so dafs ein Filz von freiliegenden Metallkrystallen übrig bleibt. Derartige Präparate, die besonders lehrreich sind, erfordern eine umständlichere Vorbereitung. Die Metallplatten müssen auf eine gleichmäfsige Dicke von 0.3—0.5 mm heruntergebracht werden und bei dem Ätzen, zumal gegen das Ende desselben, wo sich am Rande Teilchen abtrennen, darf keine Übereilung vorkommen. Auch das Auswaschen mit kochendem Wasser verlangt einige Aufmerksamkeit und eine geübte Hand um Zerfall der lose zusammenhängenden Krystallmasse zu vermeiden. —

71. Ätzung mit gleichzeitiger Färbung.

Ätzung mit gleichzeitiger Färbung kommt häufig für kohlenstoffhaltiges Eisen, seltener für Legierungen von Blei, Antimon, Silber und Mangan in Anwendung.

Zur Färbung von Eisen durch Abscheidung von gebundenem Kohlenstoff sind Lösungen von Jod und Brom zu empfehlen. Osmond hat unter der Bezeichnung „polissage attaque“ ein Verfahren beschrieben, welches Reliefschleifen, Ätzen und Färben in einer Operation zusammenfafst. Er bedient sich dabei eines Gemenges von Gips mit einem Ätz- und Färbemittel, das an Rezepte aus alten Zeiten gemahnt — in Säuerung begriffenem Süfsholzauszug. Dies Mittel bringt in der That Färbungen hervor, wie Osmond sie beschreibt, man kann aber nicht mit Sicherheit sagen, was eigentlich gefärbt wird und noch weniger, welche Eisenverbindungen dabei ins Spiel kommen und in wie weit gummiähnliche Substanzen und Pflanzenschleim bei dem Zustandekommen der irisierenden Häutchen beteiligt sein mögen. Da überdies die Zusammensetzung und Wirkung der

gärenden Substanz sich von einem Tage zum andern verändert, so kann das Mittel nicht zu weiterer Verbreitung empfohlen werden. Eine Lösung von Jod in Kaliumjodid ist ein langsam, Brom in Salzsäure gelöst ist ein schnell wirkendes Ätz- und Färbemittel für kohlenstoffhaltiges Eisen. Das Wasser, in welches das Metall gelegt werden soll, wird mit Jodlösung bräunlich, mit Bromlösung blafsgelb gefärbt. Für gröfsere Stücke mufs die Flüssigkeit durch leichtes Schaukeln in Bewegung gehalten werden. Ist der verlangte Grad von Färbung erreicht, so wird in reichlichem Wasser gewaschen, das anhängende Wasser durch vorsichtig aufgegossenen Alkohol verdrängt und nach dem Abdunsten des Alkohols die Färbung durch Übergiefsen mit Dammarlösung (6) fixiert. Sprödigkeit des Überzuges kann durch Zusatz von käuflichem Dammarfirnis verbessert werden. Jodlösung, mit Zusatz von Salzsäure, kann dienen, um Blei in Zinn und Silber in Blei sichtbar zu machen. Im ersteren Fall entsteht Zinnjodid als Nebenprodukt, das sich in der verdünnten Salzsäure löst, im anderen Fall Bleijodid, das durch Auskochen mit Wasser entfernt werden mufs.

Joddampf kann nach dem Vorgang von H. Baucke als Färbungsmittel für Zinnantimonlegierungen angewendet werden. Man hat weiter nichts zu thun, als die Schliffe in eine weithalsige Flasche zu legen, worin sich ein wenig Jod befindet. Polieren auf feinstem Schmirgelpapier (0000) ist ausreichend. Nach dem Färben kann sogleich Fixieren mit Dammarlösung folgen, doch haftet der Überzug von Jodiden auch ohnedies recht fest. Dasselbe Färbeverfahren giebt auch auf Hartblei guten Farbenkontrast. Versuche mit Schwefelwasserstoff nach vorhergegangener Anwendung von Jod- oder Bromdampf haben bis jetzt kein günstiges Resultat ergeben.

Dagegen hat sich gezeigt, dafs Ammoniak ein gutes Färbemittel für Manganbronze ist, dessen Mangan es durch einen bräunlichen Farbenton anzeigt. Daneben erfolgt Ätzung, wie auf gewöhnlicher Bronze. Durch tropfenweises Zufügen von Wasserstoffperoxyd kann die Färbung beschleunigt und verstärkt werden. Das Auswaschen geht leicht von statten; Fixieren ist für leichte Färbung nicht nötig, für dunkelbraune hingegen sogleich nach dem Trocknen vorzunehmen.

72. Bewahren von Metallpräparaten.

Ätzpräparate und auch die Mehrzahl von Krystallisationspräparaten sind von Haus aus dem Verderben ausgesetzt, wenn sie

nicht unmittelbar nach der Anfertigung einer gründlichen Reinigung unterzogen werden. Dies gilt vor allem von Eisen- und Kupferlegierungen, die mit Salzsäure oder Ammoniumchlorid in Berührung gewesen sind. Kupferlegierungen sind am sichersten durch Waschen mit Ammoniak und darnach mit Wasser zu reinigen. Ist die Anwendung von Ammoniak wegen möglichen Abblassens der Farbe nicht zulässig, so spüle man unter einem Wasserstrahl, tauche mehrmals in kochendes Wasser und trockne das heifse Metall mit einem weichen Wischtuch. Ebenso verfährt man mit Zinn- und Bleilegierungen. Eisenlegierungen sind sehr geneigt, kleine Mengen von Oxychloriden festzuhalten, die über kurz oder lang Anlafs zur Entstehung von Rost geben. Sie können durch wiederholtes Kochen mit vielem Wasser unschädlich gemacht werden. Schneller kommt man zum Ziel durch Erwärmen mit einer Lösung von Kaliumbioxalat[1]) und darauf folgendes Waschen mit kaltem und schliefslich mit siedendem Wasser.

Weiterer Schutz ist durch Firnissen, durch Eintauchen in geschmolzenes Paraffin und durch Bewahren in luftdicht schliefsenden Behältern zu gewinnen Ein farbloser Überzug von Dammarfirnis ist leicht anzubringen. Man löst Dammarharz in so viel Benzen, dafs die Lösung ohne Schwierigkeit zu filtrieren ist[2]), und firnist hiermit durch Aufgiefsen und Abtropfenlassen. An der Abtropfstelle würde ein Wulst entstehen, wenn man den letzten sich ansammelnden Tropfen nicht beizeiten mit einem Streifen Filtrierpapier entfernte. Das Firnissen ist einwurfsfrei, wenn es sich um Schutz für gefärbte Präparate handelt; es kann für diese selbst unentbehrlich sein, zum Fixieren der farbigen Teilchen. Tiefätzungen und Krystallisationspräparate mit ausgeprägtem Relief können in derselben Weise geschützt werden; jedoch leidet hierbei die Schärfe der Umrisse. Flachätzungen und Schliffpräparate, die in gespiegeltem Licht betrachtet werden müssen, erscheinen unter Firnis oder unter Balsam und Deckglas wie in einen leuchtenden Nebel getaucht; Anlafspräparate werden

[1]) Man beachte, dafs Kaliumbioxalat nicht nur Eisenverbindungen in leicht lösliche Doppeloxalate verwandelt, sondern auch auf metallisches Eisen als ein schwaches Ätzmittel wirkt. Empfindliche Präparate tauche man nur 10 Sekunden lang in die warme Lösung.

[2]) Zu grofser Sprödigkeit (rissig werden) des Überzuges kann durch Zusatz von käuflichem Dammarfirnis abgeholfen werden.

durch diesen Lichtnebel dermafsen verunstaltet, dafs für sie ein schützender Überzug gar nicht in Frage kommen kann. Für Flachätzungen und Schliffpräparate kann man sich mit Vaselin helfen, das jedesmal bei dem Gebrauch der Präparate mit Petroleumäther oder Benzen weggewischt wird, oder für besonders wertvolle und empfindliche Präparate mit Eintauchen in Paraffin, das in derselben Weise wieder entfernt wird. Für Anlafspräparate sind auch diese Schutzmittel von zweifelhaftem Wert, da das dünne Oxydhäutchen das wiederholte Abwischen nicht verträgt. Es bleibt für diese Abteilung also nur übrig, sie in luftdicht schliefsenden Behältern unterzubringen. Dann ist aber zu erwägen, ob man nicht diese Weise von Aufbewahrung, die bei dem Gebrauch der Sammlung grofse Bequemlichkeit bietet, auf die ganze Sammlung ausdehnen will. Metallene Musterdosen von 40 mm Durchmesser haben sich für diesen Zweck gut bewährt. Sie schliefsen so gut, dafs nur für einzelne Präparate Vaselin oder weiches Paraffin zu Hilfe zu nehmen ist, sind so billig (100 Stück 2 Mk.), dafs jedes Präparat gesondert eingeschlossen werden kann und können mit Punzen dauerhaft numeriert werden. Wo es auf luftdichten Verschlufs ankommt, wird die Verschlufsfuge mit geschmolzenem Paraffin verstrichen. Die Dosen werden dann, wenn sie geöffnet werden sollen, ein wenig erwärmt. Geordnet und bewahrt werden sie in Sammelkästen derselben Art wie für mikrochemische Präparate (8). Ein Sammelkasten für 10 Tafeln fafst auf seinem Boden 28 Dosen von 40 mm, auf diese kommt eine Papptafel, die abermals 28 Dosen tragen kann, so dafs sich eine Sammlung von 300 Metallpräparaten in fünf Kästen unterbringen läfst.

Verlag von **Leopold Voss** in **Hamburg.**

Im December 1899 vollständig:

Handbuch

der

organischen Chemie

von

Dr. **F. Beilstein,**

Mitglied der Kaiserlichen Akademie der Wissenschaften zu St. Petersburg, Ehrenmitglied der Deutschen chemischen Gesellschaft.

Dritte Auflage.

Band	I	Preis	brosch.	M.	45.—,	geb.	M.	49.—.
„	II	„	„	„	63.—,	„	„	68.—.
„	III	„	„	„	28.80,	„	„	32.80.
„	IV	„	„	„	52.20,	„	„	57.20.

Das vollständige Werk brosch. M. 189.—, gebd. M. 207.—.

Von Januar 1900 an erscheinen **Ergänzungsbände** zum Beilstein, herausgegeben von der Deutschen chemischen Gesellschaft, bearbeitet von Professor Dr. Paul Jacobson, in Lieferungen zum Preise von M. 1.80.

Das einzige **General-Register** zu Beilstein's Handbuch bildet Richter's Lexikon der Kohlenstoff-Verbindungen, das alle im Beilstein beschriebenen Verbindungen (ca. 57000) genau registrirt (s. Einleitung zu Richters Lexikon S. 6, No. 2).

Verlag von **Leopold Voss** in **Hamburg.**

Lexikon

der

Kohlenstoff-Verbindungen

von

Dr. **M. M. Richter.**

Zweite Auflage der „Tabellen der Kohlenstoff-Verbindungen nach deren empirischer Zusammenstellung geordnet".

Das Lexikon der Kohlenstoff-Verbindungen bildet ein vollständiges Verzeichnis aller bekannten organischen Verbindungen, geordnet nach den empirischen Formeln. Während die erste Auflage rund 16 000 aufführt und im *Beilstein* (3. Aufl.) etwa 57 000 beschrieben sind, wird dieses Lexikon etwa **75 000 Verbindungen** verzeichnen.

Das Werk zerfällt in folgende Abschnitte: Einleitung, System und Nomenklatur — das Verzeichnis der ca. 75 000 Verbindungen und die Procentzahlen — Register der Eigennamen — Zahlentabellen zur Auffindung der procentualen Zusammensetzung.

Das Lexikon der Kohlenstoff-Verbindungen, dessen Manuskript druckfertig vorliegt, erscheint seit Juli 1899 und wird in etwa 38 rasch aufeinander folgenden Lieferungen zum Preise von M. 1.80, im Format von Beilsteins Handbuch der organischen Chemie, 3. Aufl., Anfang des Jahres 1900 vollständig vorliegen.

Das Lexikon der Kohlenstoff-Verbindungen bildet gleichzeitig durch eine besondere, in der Einleitung beschriebene, Einrichtung das

nie versagende General-Register zum Beilstein,

für den ein besonderes General-Register nicht erscheint.

Verlag von **Leopold Voss** in **Hamburg.**

Einführung in die Chemie

in leichtfasslicher Form.

Von

Prof. Dr. **Lassar-Cohn,**
Königsberg i. Pr.

Mit 58 Abbildungen im Text.

1899. Preis M. 4.–.

Die Chemie im täglichen Leben.

Gemeinverständliche Vorträge

von

Dr. **Lassar-Cohn,**
Universitätsprofessor zu Königsberg i. Pr.

Vierte, umgearbeitete und vermehrte Auflage.

Mit 22 Abbildungen im Text.

1900. Preis gebunden M. 4.–.

Verlag von **Leopold Voss** in **Hamburg.**

Repetitorium der Chemie.

Mit besonderer Berücksichtigung der für die Medizin wichtigen Verbindungen

sowie des

„Arzneibuches für das Deutsche Reich"

und anderer Pharmakopöen,

namentlich zum Gebrauche für Mediziner und Pharmazeuten.

Bearbeitet von

Dr. **Carl Arnold,**

Professor der Chemie an der Königl. Tierärztlichen Hochschule zu Hannover.

Neunte verbesserte und ergänzte Auflage. — **1899.** Preis geb. M. 7.—.

Die Praxis des Chemikers

bei Untersuchung von

Nahrungs- und Genussmitteln, Gebrauchsgegenständen

und Handelsprodukten,

bei

hygienischen und bakteriologischen Untersuchungen

sowie in der gerichtlichen und Harn-Analyse.

Von

Dr. **Fritz Elsner,**

Gerichts- und Nahrungsmittelchemiker.

Siebente, durchaus umgearbeitete und wesentlich vermehrte Auflage.
Mit 183 Abbildungen und zahlreichen Tabellen. **1900.** M. 14.—.

Zeitschrift für Anorganische Chemie.

Begründet von **Gerhard Krüss.**

Unter Mitwirkung zahlreicher Fachgenossen

herausgegeben von

Richard Lorenz, Zürich. und **P. W. Küster,** Clausthal.

Abonnementspreis für einen Band M. 12.—. Probenummer **postfrei.**

Bei gleichzeitiger Abnahme der schon erschienenen 21 **Bände Preis**ermässigung.

Druck von Hesse & Becker in Leipzig.

Verlag von **Leopold Voss** in **Hamburg.**

Anleitung

zur

Mikrochemischen Analyse.

Von **H. Behrens,**

Professor an der Polytechnischen Schule in Delft.

Zweite vermehrte und verbesserte Auflage.

Mit 96 Figuren im Text. **1899.** M. 6.—.

. . . . . Über den Wert mikrochemischer Methoden kann kein Zweifel bestehen; hoffen wir, dass das reichliche und sorgfältige Material, das der Verfasser bringt, die Verbreitung dieser Verfahren recht sehr beschleunigt.
Zeitschr. f. physikal. Chemie. (W. O.)

. . . . . Verfasser hat ein verdienstliches Werk geliefert und die Aufmerksamkeit auf ein Gebiet chemisch-analytischer Thätigkeit gelenkt, dem man in Chemikerkreisen bisher nur geringeres Interesse entgegengebracht und nur eine untergeordnete Bedeutung zuschrieb. Das Studium des Behrensschen Buches ist geeignet, nach dieser Richtung hin Wandel zu schaffen. *Apoth.-Ztg. (Th.)*

Früher erschienen:

Anleitung zur mikrochemischen Analyse der wichtigsten organischen Verbindungen. Von H. Behrens (Delft).

I. Heft. (Anthracengruppe, Phenole, Chinone, Ketone, Aldehyde.) Mit 49 Figuren im Text. 1895. Preis M. 2.—.

II. Heft. (Die wichtigsten Faserstoffe.) Mit 18 Figuren im Text und drei Tafeln in Farbendruck. 1896. Preis M. 5.—.

III. Heft. (Aromatische Amine.) Mit 77 Figuren im Text. 1896. Preis M. 4.50.

IV. Heft. (Karbamide und Karbonsäuren.) Mit 94 Figuren im Text. 1897. M. 4.50.

Das mikroskopische Gefüge

der

Metalle und Legierungen.

Vergleichende Studien

von

H. Behrens,

Professor an der Polytechnischen Schule zu Delft.

Mit 3 Figuren im Text und 123 Figuren auf 16 Tafeln.

1894. Preis gebunden M. 14.—.

Druck von Hesse & Becker in Leipzig.